

PCT

世界知的所有権機関
国際事務局

特許協力条約に基づいて公開された国際出願



<p>(51) 国際特許分類6 H01L 21/20, 21/205, 21/203, 21/208, 33/00, H01S 3/18, C01B 21/06</p>	<p>A1</p>	<p>(11) 国際公開番号 WO99/23693</p> <p>(43) 国際公開日 1999年5月14日(14.05.99)</p>								
<p>(21) 国際出願番号 PCT/JP98/04908</p> <p>(22) 国際出願日 1998年10月29日(29.10.98)</p> <p>(30) 優先権データ</p> <table border="0"> <tr> <td>特願平9/298300</td> <td>1997年10月30日(30.10.97)</td> <td>JP</td> </tr> <tr> <td>特願平10/9008</td> <td>1998年1月20日(20.01.98)</td> <td>JP</td> </tr> <tr> <td>特願平10/102546</td> <td>1998年4月14日(14.04.98)</td> <td>JP</td> </tr> </table> <p>(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 住友電気工業株式会社 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.)(JP/JP) 〒541-0041 大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号 Osaka, (JP)</p> <p>(72) 発明者 ; および</p> <p>(75) 発明者 / 出願人 (米国についてのみ)</p> <p>元木健作(MOTOKI, Kensaku)(JP/JP) 岡久拓司(OKAHISA, Takuji)(JP/JP) 松本直樹(MATSUMOTO, Naoki)(JP/JP) 〒664-0016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo, (JP)</p>	特願平9/298300	1997年10月30日(30.10.97)	JP	特願平10/9008	1998年1月20日(20.01.98)	JP	特願平10/102546	1998年4月14日(14.04.98)	JP	<p>(74) 代理人 弁理士 長谷川芳樹, 外(HASEGAWA, Yoshiki et al.) 〒104-0031 東京都中央区京橋二丁目13番10号 京橋ナショナルビル6F 創英国際特許事務所 Tokyo, (JP)</p> <p>(81) 指定国 CA, CN, JP, KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).</p> <p>添付公開書類 国際調査報告書</p>
特願平9/298300	1997年10月30日(30.10.97)	JP								
特願平10/9008	1998年1月20日(20.01.98)	JP								
特願平10/102546	1998年4月14日(14.04.98)	JP								
<p>(54)Title: GaN SINGLE CRYSTALLINE SUBSTRATE AND METHOD OF PRODUCING THE SAME</p> <p>(54)発明の名称 GaN単結晶基板及びその製造方法</p> <p>(57) Abstract</p> <p>A method of producing a GaN single crystalline substrate, characterized by comprising forming a mask layer (8) having a plurality of opening windows (10) mutually spaced on a GaAs substrate (2), and growing an epitaxial layer (12) of GaN on the mask layer (8).</p> <div data-bbox="740 1316 1378 1667"> </div>										

(57)要約

本発明に係る GaN 単結晶基板の製造方法は、GaAs 基板 2 上に互いに離隔配置された複数の開口窓 10 を有するマスク層 8 を形成するマスク層形成工程と、マスク層 8 上に GaN からなるエピタキシャル層 12 を成長させるエピタキシャル層成長工程とを備えることを特徴とする。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE	アラブ首長国連邦	ES	スペイン	LI	リヒテンシュタイン	SG	シンガポール
AL	アルバニア	FI	フィンランド	LK	スリ・ランカ	SI	スロヴェニア
AM	アルメニア	FR	フランス	LR	リベリア	SK	スロヴァキア
AT	オーストリア	GA	ガボン	LS	レソト	SL	シエラ・レオネ
AU	オーストラリア	GB	英国	LT	リトアニア	SN	セネガル
AZ	アゼルバイジャン	GD	グレナダ	LU	ルクセンブルグ	SZ	スワジランド
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	GE	グルジア	LV	ラトヴィア	TD	チャード
BB	バルバドス	GH	ガーナ	MC	モナコ	TG	トーゴ
BE	ベルギー	GM	ガンビア	MD	モルドヴァ	TJ	タジキスタン
BF	ブルキナ・ファソ	GN	ギニア	MG	マダガスカル	TM	トルクメニスタン
BG	ブルガリア	GW	ギニア・ビサウ	MK	マケドニア旧ユーゴスラヴィア共和国	TR	トルコ
BJ	ベナン	GR	ギリシャ	ML	マリ	TT	トリニダード・トバゴ
BR	ブラジル	HR	クロアチア	MN	モンゴル	UA	ウクライナ
BY	ベラルーシ	HU	ハンガリー	MR	モーリタニア	UG	ウガンダ
CA	カナダ	ID	インドネシア	MW	マラウイ	US	米国
CF	中央アフリカ	IE	アイルランド	MX	メキシコ	UZ	ウズベキスタン
CG	コンゴ	IL	イスラエル	NE	ニジェール	VN	ヴェトナム
CH	スイス	IN	インド	NL	オランダ	YU	ユーゴスラビア
CI	コートジボアール	IS	アイスランド	NO	ノルウェー	ZA	南アフリカ共和国
CM	カメルーン	IT	イタリア	NZ	ニュージーランド	ZW	ジンバブエ
CN	中国	JP	日本	PL	ポーランド		
CU	キューバ	KE	ケニア	PT	ポルトガル		
CY	キプロス	KG	キルギスタン	RO	ルーマニア		
CZ	チェコ	KP	北朝鮮	RU	ロシア		
DE	ドイツ	KR	韓国	SD	スーダン		
DK	デンマーク	KZ	カザフスタン	SE	スウェーデン		
EE	エストニア	LC	セントルシア				

明細書

G a N単結晶基板及びその製造方法

5 技術分野

本発明は、窒化ガリウム（G a N）等の窒化物系化合物半導体を用いた、発光ダイオード、半導体レーザ等の発光デバイスや、電界効果トランジスタ等の電子デバイス用の基板及びその製造方法に関するものである。

10 背景技術

従来、窒化物系化合物半導体を用いた発光デバイス等では、安定なサファイア基板が用いられていた。

しかし、サファイアには劈開面が無いいため、半導体レーザにサファイア基板を用いた場合は劈開による反射面を作製することができないという問題があった。

15 また、サファイアを発光デバイス等の基板材料として用いた場合、サファイア基板と当該サファイア基板上に成長させるエピタキシャル層との間の格子不整合や熱膨張係数の相違に起因して、エピタキシャル層中に転位等の結晶欠陥が多発するという問題もあった。

20 このようなサファイアを発光デバイス等の基板とした場合の問題を解消すべく開発された技術として、特開平 8 - 1 1 6 0 9 0 号公報に掲載された半導体発光素子の製法がある。この半導体発光素子の製法は、ガリウム砒素（G a A s）基板等の半導体単結晶基板上に窒化ガリウム系化合物半導体層を成長させた後、半導体単結晶基板（G a A s 基板）を除去し、残った窒化ガリウム系化合物半導体層を新たな基板としてその上に動作層である窒化ガリウム系化合物半導体単結晶層をエピタキシャル成長させて、半導体発光素子を製造するものである。

25

この特開平 8 - 1 1 6 0 9 0 号公報の技術によれば、窒化ガリウム系化合物半

- 5 導体層とこの上に成長させる窒化ガリウム系化合物半導体単結晶層（エピタキシャル層）との格子定数や熱膨張係数が非常に近いため、半導体単結晶層（エピタキシャル層）に転位等に起因する格子欠陥が発生しにくくなる。また、基板とこの上に成長させる動作層とが同じ窒化ガリウム系化合物半導体層からなっているため、同種の結晶が揃うことになり、容易に劈開することができる。このため、半導体レーザ等の反射鏡を簡単に作製することができる。

発明の開示

- 10 しかし、上記特開平 8 - 1 1 6 0 9 0 号公報に掲載された製法で製造した Ga N 基板は、格子不整合等の理由で結晶品質は極めて低く、結晶欠陥に起因する内部応力の為に大きな反りが発生し、実用化には至っていなかった。そして、技術進歩に伴い、窒化ガリウム系化合物半導体を用いた光半導体デバイスの特性を更に向上させることが要求され、本発明者らにおいて、より高品質の Ga N 単結晶基板を製作する必要が生じた。そのためには、Ga N 単結晶基板のエピタキシャル層に発生する転位等の結晶欠陥を一層低減させる必要がある。結晶欠陥を低減することにより、高い結晶品質を有し、内部応力が低く、反りも殆どない Ga N 単結晶基板を得ることができる。

本発明は、かかる事情に鑑みてなされたものであり、転位等の結晶欠陥が低減された Ga N 単結晶基板及びその製造方法を提供することを目的とする。

- 20 本発明に係る Ga N 単結晶基板の製造方法は、Ga As 基板上に、互いに離隔配置された複数の開口窓を有するマスク層を形成するマスク層形成工程と、前記マスク層上に、Ga N からなるエピタキシャル層を成長させるエピタキシャル層成長工程と、を備えることを特徴とする。

- 25 本発明の Ga N 単結晶基板の製造方法によれば、マスク層の各開口窓内で Ga N 核が形成され、この Ga N 核が次第にマスク層上の横方向、すなわちマスク層の開口窓が形成されていないマスク部の上方に向かって何の障害物もなく自由に

ラテラル成長する。そして、GaN核がラテラル成長するときに、GaN核内の欠陥は広がらないため、結晶欠陥が大幅に低減されたGaN単結晶基板を形成することができる。

- 5 また、本発明に係るGaN単結晶基板の製造方法において、前記マスク層形成工程の前に、前記GaAs基板上にバッファ層を形成するバッファ層形成工程と、前記バッファ層上に、GaNからなる下層エピタキシャル層を成長させる下層エピタキシャル層成長工程と、を更に備えることが好ましい。

- 10 この場合、マスク層の開口窓の下方にGaNからなる下層エピタキシャル層が位置し、当該下層エピタキシャル層の上にGaNからなる上記エピタキシャル層が形成されるため、当該エピタキシャル層の結晶欠陥が一層低減される。すなわち、転位等の結晶欠陥は、バッファ層に近い部分ほどその密度が高いため、このように一旦下層エピタキシャル層を成長させてバッファ層からの距離をおいてマスク層を形成した方が、下層エピタキシャル層を成長させない場合よりも結晶欠陥の低減を図ることができる。

- 15 また、本発明に係るGaN単結晶基板の製造方法において、前記エピタキシャル層成長工程の前に、前記マスク層の前記開口窓内における前記GaAs基板上にバッファ層を形成するバッファ層形成工程を更に備えることも好ましい。

- 20 この場合、GaNエピタキシャル層を一回成長させるだけで結晶欠陥が大幅に低減したGaN単結晶基板を形成することができ、コスト削減を図ることができる。なお、GaAs基板上にGaNエピタキシャル層を成長させる場合には、アモルファス層に近いGaN低温バッファ層またはAlNバッファ層を成長させた後、高温でGaNを成長させることで、たとえ格子不整合が大きくてもエピタキシャル成長を得ることができる。低温バッファ層形成時は、SiO₂、Si₃N₄から成るマスク層のマスク部上には低温バッファ層は成長せず、開口窓内にのみ
25 形成される。

 また、本発明に係るGaN単結晶基板の製造方法において、前記エピタキシャ

ル層は、厚さ $5 \sim 300 \mu\text{m}$ の範囲内で成長され、前記エピタキシャル層成長工程の後に、前記 GaAs 基板を除去する GaAs 基板除去工程と、前記エピタキシャル層上に GaN からなる第二のエピタキシャル層を積層成長させる工程と、を更に備えることも望ましい。

5 この場合、第二のエピタキシャル層を成長させる前に GaAs 基板を除去するので、GaAs 基板とバッファ層及びエピタキシャル層との熱膨張係数の差に起因する熱応力の発生を防止することでエピタキシャル層に発生するクラック及び内部応力を低減でき、これにより、クラックが無く、且つ、結晶欠陥の大幅に低減された GaN 単結晶基板を形成することができる。

10 また、本発明に係る GaN 単結晶基板の製造方法において、前記マスク層の前記開口窓を前記下層エピタキシャル層の $\langle 10-10 \rangle$ 方向にピッチ L で複数配列して $\langle 10-10 \rangle$ 窓群を形成すると共に、前記 $\langle 10-10 \rangle$ 窓群を前記下層エピタキシャル層の $\langle 1-210 \rangle$ 方向にピッチ d ($0.75L \leq d \leq 1.3L$) で複数並設し、さらに、前記各 $\langle 10-10 \rangle$ 窓群は、前記各開口窓の中心位置が隣り合う前記 $\langle 10-10 \rangle$ 窓群の前記各開口窓の中心位置に対して前記
15 $\langle 10-10 \rangle$ 方向に約 $1/2L$ ずれて並設されていることが望ましい。

この場合、各 $\langle 10-10 \rangle$ 窓群の各開口窓は、その中心位置が隣り合う $\langle 10-10 \rangle$ 窓群の各開口窓の中心位置に対して $\langle 10-10 \rangle$ 方向に約 $1/2L$ ずれているため、各開口窓から成長する正六角錐または正六角錐台の GaN の結
20 晶粒は、隣接する開口窓から成長した結晶粒と殆どビットを生じさせず、隙間無く繋がり、エピタキシャル層における結晶欠陥及び内部応力の低減を図ることができる。

また、本発明に係る GaN 単結晶基板の製造方法において、前記マスク層の前記開口窓を前記 GaAs 基板の (111) 面上において $\langle 11-2 \rangle$ 方向にピッ
25 チ L で複数配列して $\langle 11-2 \rangle$ 窓群を形成すると共に、前記 $\langle 11-2 \rangle$ 窓群を前記 GaAs 基板の (111) 面の $\langle -110 \rangle$ 方向にピッチ d ($0.75L$

$\leq d \leq 1.3L$) で複数並設し、さらに、前記各<11-2>窓群は、前記各開口窓の中心位置が隣り合う前記<11-2>窓群の前記各開口窓の中心位置に対して前記<11-2>方向に約 $1/2L$ ずれて並設されていることが望ましい。

5 この場合、各<11-2>窓群の各開口窓は、その中心位置が隣り合う<11-2>窓群の各開口窓の中心位置に対して<11-2>方向に約 $1/2L$ ずれているため、各開口窓から成長する正六角錐または正六角錐台のGaNの結晶粒は、隣接する開口窓から成長した結晶粒と殆どビットを生じさせず、隙間無く繋がり、エピタキシャル層における結晶欠陥及び内部応力の低減を図ることができる。

10 また、本発明に係るGaN単結晶基板の製造方法において、前記エピタキシャル層成長工程において、前記エピタキシャル層を厚く成長させてGaN単結晶のインゴットを形成し、前記インゴットを複数枚に切断する切断工程を更に備えることも望ましい。

この場合、GaN単結晶のインゴットを複数枚に切断するため、一回の製造処理で、結晶欠陥が低減されたGaN単結晶基板を複数枚得ることができる。

15 また、本発明に係るGaN単結晶基板の製造方法において、前記エピタキシャル層成長工程において、前記エピタキシャル層を厚く成長させてGaN単結晶のインゴットを形成し、前記インゴットを複数枚に劈開する劈開工程を更に備えることも望ましい。

20 この場合、GaN単結晶のインゴットを複数枚に劈開するため、一回の製造処理で、結晶欠陥が低減されたGaN単結晶基板を複数枚得ることができる。また、この場合は、GaN結晶の劈開面に沿ってインゴットを劈開させるため、容易に複数枚のGaN単結晶基板を得ることができる。

25 また、本発明に係るGaN単結晶基板の製造方法において、前述の製造方法によって得られたGaN単結晶基板にGaNからなるエピタキシャル層を厚く成長させてGaN単結晶のインゴットを形成するインゴット形成工程と、前記インゴットを複数枚に切断する切断工程と、を更に備えることも望ましい。

この場合、前述の製造方法によって製造されたGaN単結晶基板にGaNエピタキシャル層を成長させてインゴットを形成し、当該インゴットを切断するだけでGaN単結晶基板を複数枚得ることができる。すなわち、簡単な作業で、結晶欠陥が低減されたGaN単結晶基板を複数枚製造することができる。

5

図面の簡単な説明

図1A～図1Dは、それぞれ、第1実施形態に係るGaN単結晶基板の製造方法の第1工程～第4工程を示す図である。

図2は、HVPE法に使用される気相成長装置を示す図である。

10

図3は、有機金属塩化物気相成長法に使用される気相成長装置を示す図である。

図4は、第1実施形態のマスク層の平面図である。

図5A～図5Dは、それぞれ、第1実施形態に係るエピタキシャル成長の第1工程～第4工程を示す図である。

15

図6A～図6Dは、それぞれ、第2実施形態に係るGaN単結晶基板の製造方法の第1工程～第4工程を示す図である。

図7は、第2実施形態のマスク層の平面図である。

図8A～図8Dは、それぞれ、第3実施形態に係るGaN単結晶基板の製造方法の第1工程～第4工程を示す図である。

図9は、第3実施形態のマスク層の平面図である。

20

図10A及び図10Bは、それぞれ、第3実施形態に係る第2のエピタキシャル層の成長過程を示す図である。

図11A～図11Dは、それぞれ、第4実施形態に係るGaN単結晶基板の製造方法の第1工程～第4工程を示す図である。

図12は、第4実施形態のマスク層の平面図である。

25

図13A～図13Eは、それぞれ、第5実施形態に係るGaN単結晶基板の製造方法の第1工程～第5工程を示す図である。

図 1 4 は、第 6 実施形態のマスク層の平面図である。

図 1 5 は、第 7 実施形態のマスク層の平面図である。

図 1 6 A～図 1 6 F は、それぞれ、第 8 実施形態に係る G a N 単結晶基板の製造方法の第 1 工程～第 6 工程を示す図である。

- 5 図 1 7 A～図 1 7 C は、それぞれ、第 9 実施形態に係る G a N 単結晶基板の製造方法の第 1 工程～第 3 工程を示す図である。

図 1 8 A 及び図 1 8 B は、それぞれ、第 1 0 実施形態に係る G a N 単結晶基板の製造方法の第 1 工程及び第 2 工程を示す図である。

- 10 図 1 9 A～図 1 9 C は、それぞれ、第 1 1 実施形態に係る G a N 単結晶基板の製造方法の第 1 工程～第 3 工程を示す図である。

図 2 0 は、第 3 実施形態の G a N 単結晶基板を用いた発光ダイオードを示す図である。

図 2 1 は、第 3 実施形態の G a N 単結晶基板を用いた半導体レーザを示す図である。

- 15 図 2 2 は、昇華法に使用される気相成長装置を示す図である。

発明を実施するための最良の形態

- 以下、添付図面を参照して、本発明の好適な実施形態を詳細に説明する。各実施形態の説明で結晶の格子方向および格子面を使用する場合があるが、ここで、
- 20 格子方向及び格子面の記号の説明をしておく。個別方位は $[\]$ 、集合方位は $\langle \ \rangle$ 、個別面は $(\)$ 、集合面は $\{ \ }$ でそれぞれ示すことにする。尚、負の指数については、結晶学上、“ $-$ ” (バー) を数字の上に付けることになっているが、明細書作成の都合上、数字の前に負号を付けることにする。

- 25 [第 1 実施形態]

第 1 実施形態に係る G a N 単結晶基板及びその製造方法を、図 1 A～図 1 D の

製造工程図を用いて説明する。

まず、図1Aに示す第1の工程で、GaAs基板2を気相成長装置の反応容器内に設置する。なお、GaAs基板2として、GaAs(111)面がGa面となっているGaAs(111)A基板、または、GaAs(111)面がAs面となっているGaAs(111)B基板の何れかを用いることができる。

GaAs基板2を気相成長装置の反応容器内に設置した後、当該GaAs基板2上にGaNからなるバッファ層4を形成する。バッファ層4の形成方法としては、HVPE(Hydride Vapor Phase Epitaxy)法、有機金属塩化物気相成長法、MOCVD法等の気相成長法がある。以下、これらの各気相成長法について詳説する。

まず、HVPE法について説明する。図2は、HVPE法に使用する常圧の気相成長装置を示す図である。この装置は、第1のガス導入ポート51、第2のガス導入ポート53、第3のガス導入ポート55、及び排気ポート57を有する反応チャンバ59と、この反応チャンバ59を加熱するための抵抗加熱ヒータ61と、から構成されている。また、反応チャンバ59内には、Ga金属のソースポート63と、GaAs基板2を支持する回転支持部材65とが設けられている。

このような気相成長装置を用いたバッファ層4の好適な形成方法を説明すると、GaAs基板2としてGaAs(111)A基板を用いる場合は、抵抗加熱ヒータ61によりGaAs基板2の温度を約450℃～約530℃に昇温保持した状態で、第2のガス導入ポート53より塩化水素(HCl)を分圧 4×10^{-4} atm～ 4×10^{-3} atmでGa金属のソースポート63に導入する。この処理により、Ga金属と塩化水素(HCl)とが反応し、塩化ガリウム(GaCl)が生成される。次いで、第1のガス導入ポート51よりアンモニア(NH₃)を分圧0.1 atm～0.3 atmで導入し、GaAs基板2付近で当該NH₃とGaClとを反応させ、窒化ガリウム(GaN)を生成させる。尚、第1のガス導入ポート51及び第2のガス導入ポート53には、キャリアガスとして水素

(H_2)を導入する。また、第3のガス導入ポート55には、水素(H_2)のみを導入する。このような条件下で、約20分～約40分間Ga₂Nを成長させることにより、GaAs基板2上に、厚さ約500オングストローム～約1200オングストロームのGa₂Nからなるバッファ層4を形成する。HVPE法を用いた場合は、塩化ガリウム(GaCl)の合成量を増加させてもバッファ層の成長速度はさほど変化せず、反応律速であると考えられる。

また、GaAs基板2としてGaAs(111)B基板を用いる場合も、GaAs(111)A基板を用いる場合とほぼ同様の条件でバッファ層を形成することができる。

次に、有機金属塩化物気相成長法について説明する。図3は、有機金属塩化物気相成長法に使用する成長装置を示す図である。この装置は、第1のガス導入ポート71、第2のガス導入ポート73、第3のガス導入ポート75、及び排気ポート77を有する反応チャンバ79と、この反応チャンバ79を加熱するための抵抗加熱ヒータ81と、から構成されている。また、反応チャンバ79内には、GaAs基板2を支持する回転支持部材83が設けられている。

このような成長装置を用いたバッファ層4の形成方法を説明すると、GaAs基板2としてGaAs(111)A基板を用いる場合は、抵抗加熱ヒータ81によりGaAs基板2の温度を約450℃～約530℃に昇温保持した状態で、第1のガス導入ポート71よりトリメチルガリウム(TM₂G)を分圧 4×10^{-4} atm～ 2×10^{-3} atmで導入するとともに、第2のガス導入ポート73より塩化水素(HCl)を分圧 4×10^{-4} atm～ 2×10^{-3} atmで等量だけ導入する。この処理により、トリメチルガリウム(TM₂G)と塩化水素(HCl)とが反応し、塩化ガリウム(GaCl)が生成される。次いで、第3のガス導入ポート75よりアンモニア(NH₃)を分圧0.1 atm～0.3 atmで導入し、GaAs基板2付近で当該NH₃とGaClとを反応させ、窒化ガリウム(GaN)を生成させる。尚、第1のガス導入ポート71、第2のガス導入ポート7

3、及び第3のガス導入ポート75には、それぞれキャリアガスとして水素 (H_2) を導入する。このような条件下で、約20分～約40分間Ga₂Nを成長させることにより、GaAs基板2上に、厚さ約500オングストローム～約1200オングストロームのGa₂Nからなるバッファ層4を形成する。このとき、バッファ層4の成長速度を、約0.08 $\mu m/hr$ ～約0.18 $\mu m/hr$ にすることができる。

また、GaAs基板2としてGaAs (111) B基板を用いる場合も、GaAs (111) A基板を用いる場合とほぼ同様の条件でバッファ層を形成することができる。

10 また、MOCVD法とは、コールドウォール型の反応炉において、加熱されたGaAs基板2上に、Gaを含む例えばトリメチルガリウム (TMG) 等の有機金属とアンモニア (NH_3) とをキャリアガスと共に吹きつけ、GaAs基板2上にGa₂Nを成長させる方法である。ここで、Gaを含む有機金属等をGaAs基板2に吹き付ける際の当該GaAs基板2の温度は、GaAs (111) A基板を用いる場合は約450℃～約600℃で、GaAs (111) B基板を用いる場合は約450℃～約550℃にすることが好ましい。また、Gaを含む有機金属として、TMGの他に、例えばトリエチルガリウム (TEG) 等を用いることができる。

20 以上がバッファ層4を形成する気相成長法である。バッファ層4を形成した後、当該バッファ層4上にGa₂Nからなる第1のエピタキシャル層 (下層エピタキシャル層) 6を成長させる。第1のエピタキシャル層6の成長には、バッファ層4の形成方法と同様に、HVPE法、有機金属塩化物気相成長法、MOCVD法等の気相成長法を使用することができる。以下、第1のエピタキシャル層6をこれらの気相成長法で成長させる場合の好適な条件を説明する。

25 HVPE法により第1のエピタキシャル層6を成長させる場合は、バッファ層4の形成と同様に、図2に示す装置を使用することができる。そして、GaAs

基板2としてGaAs(111)A基板を用いる場合は、抵抗加熱ヒータ61によりGaAs基板2の温度を約920℃～約1030℃に昇温保持させた状態で第1のエピタキシャル層6を成長させる。このとき、第1のエピタキシャル層6の成長速度を約20μm/hr～約200μm/hrにすることができる。なお、
5 成長速度は、GaCl分圧、すなわち、HCl分圧に対する依存性が大きく、HCl分圧は、 $5 \times 10^{-4} \text{ atm} \sim 5 \times 10^{-2} \text{ atm}$ の範囲を取り得る。一方、GaAs基板2としてGaAs(111)B基板を用いる場合は、抵抗加熱ヒータ61によりGaAs基板2の温度を約850℃～約950℃に昇温保持させた状態で第1のエピタキシャル層6を成長させる。

- 10 有機金属塩化物気相成長法により第1のエピタキシャル層6を成長させる場合は、バッファ層4の形成と同様に、図3に示す装置を使用することができる。そして、GaAs基板2としてGaAs(111)A基板を用いる場合は、抵抗加熱ヒータ81によりGaAs基板2の温度を約920℃～約1030℃に昇温保持させた状態で第1のエピタキシャル層6を成長させる。このとき、第1のエピ
15 タキシャル層6の成長速度を約10μm/hr～約60μm/hrにすることができる。なお、成長速度を上げるには、TMGの分圧を上げることでGaClの分圧を上げればよいが、ガス配管の温度でのTMGの平衡蒸気圧以上の分圧であった場合、ガス配管内壁へTMGの液化が起こり、配管の汚染や詰まりが発生するため、TMGの分圧はむやみに上げられず、約 $5 \times 10^{-3} \text{ atm}$ が上限で
20 ありと考えられる。このため、成長速度も60μm/hr程度が上限であると考えられる。

- 一方、GaAs基板2としてGaAs(111)B基板を用いる場合は、抵抗加熱ヒータ81によりGaAs基板2の温度を約850℃～約950℃に昇温保持させた状態で第1のエピタキシャル層6を成長させる。このとき、第1のエピ
25 タキシャル層6の成長速度を約10μm/hr～約50μm/hrにすることができる。尚、反応チャンバ79内に導入するトリメチルガリウム等の分圧は、上記

の理由から、 5×10^{-3} atmが上限となる。

MOCVD法により第1のエピタキシャル層6を成長させる場合は、Gaを含む有機金属等をGaAs基板2に吹き付ける際の当該GaAs基板2の温度は、GaAs(111)A基板を用いる場合は約750℃～約900℃で、GaAs(111)B基板を用いる場合は約730℃～約820℃にすることが好ましい。以上が、第1のエピタキシャル層6の成長条件である。

続いて、図1Bに示す第2の工程を説明する。図1Bに示す第2の工程では、製造途中のウエハを成長装置から取り出して、エピタキシャル層6上にSiN又はSiO₂から成るマスク層8を形成する。マスク層8は、厚さ約100nm～約500nmのSiN膜又はSiO₂膜をプラズマCVD等により形成し、このSiN膜又はSiO₂膜をフォトリソグラフィ技術でパターンニングすることにより形成される。

図4は、図1Bに示す第2の工程におけるウエハの平面図である。図1B及び図4に示されているように、本実施形態のマスク層8には、複数のストライプ状のストライプ窓10が形成されている。ストライプ窓10は、GaNからなる第1のエピタキシャル層6の<10-10>方向に延在するように形成されている。尚、図4の矢印は、第1のエピタキシャル層6の結晶方位を示している。

マスク層8を形成した後、図1Cに示す第3の工程に進む。第3の工程では、マスク層8を形成したウエハを再び気相成長装置の反応容器内に設置する。そして、マスク層8と第1のエピタキシャル層6のストライプ窓10から露出している部分との上に第2のエピタキシャル層12を成長させる。第2のエピタキシャル層12の成長方法としては、第1のエピタキシャル層6の成長方法と同様に、HVPE法、有機金属塩化物気相成長法、MOCVD法等がある。尚、第2のエピタキシャル層12の厚さは、約150μm～約1000μmにすることが好ましい。

ここで、図5A～図5Dを用いて、第2のエピタキシャル層12の成長過程を

詳細に説明する。図5 Aに示されているように、Ga Nからなる第2のエピタキシャル層12の成長初期においては、第2のエピタキシャル層12はマスク層8上には成長せず、Ga N核としてストライプ窓10内における第1のエピタキシャル層6上にのみ成長する。そして、成長が進むに従って、第2のエピタキシャル層12の厚みが増し、この厚みの増加に伴って、図5 Bのように、マスク層8上において、第2のエピタキシャル層12のラテラル成長 (lateral growth) が生じる。これにより、図5 Cに示すように、マスク層8上で両側から成長してきたエピタキシャル層12が繋がり、それらが一体化する。ラテラル成長により一体化した後は、図5 Dに示すように、第2のエピタキシャル層12は上方に向かって成長し、厚みが増していく。尚、第2のエピタキシャル層12は、ラテラル成長により隣接するエピタキシャル層12と一体化すると、一体化する前よりも厚み方向への成長速度が速くなる。以上が、第2のエピタキシャル層12の成長過程である。

ここで、図4の説明で述べたように、ストライプ窓10は、Ga Nからなる第1のエピタキシャル層6の $\langle 10-10 \rangle$ 方向に延在するように形成されているため、ストライプ窓10の幅方向と第1のエピタキシャル層6の $\langle 1-210 \rangle$ 方向とがほぼ一致する。そして、一般的に、Ga Nエピタキシャル層は、 $\langle 1-210 \rangle$ 方向へ成長する速度が速いため、第2のエピタキシャル層12のラテラル成長が始まってから隣接するエピタキシャル層12同士が一体化するまでの時間が短縮される。このため、第2のエピタキシャル層12の成長速度が速くなる。

尚、ストライプ窓10は、必ずしも第1のエピタキシャル層6の $\langle 10-10 \rangle$ 方向に延在させる必要はなく、例えば、エピタキシャル層6の $\langle 1-210 \rangle$ 方向に延在するように形成してもよい。

次に、第2のエピタキシャル層12の転位密度について説明する。図5 Aに示されているように、第2のエピタキシャル層12の内部には、複数の転位14が存在する。しかし、図5 Dに示されているように、第2のエピタキシャル層12

が横方向に成長しても、転位 1 4 は横方向には殆ど広がらない。また、たとえ転位 1 4 が横方向に広がったとしても、水平方向に延びて上下面を貫通する貫通転位とはならない。このため、マスク層 8 のストライプ窓 1 0 の形成されていない部分（以下、「マスク部」という。）の上方には、ストライプ窓 1 0 の上方の領域よりも転位密度の低い低転位密度領域 1 6 が形成される。これにより、第 2 のエピタキシャル層 1 2 の転位密度を減少させることができる。また、ラテラル成長により隣接するエピタキシャル層 1 2 同士が一体化した図 5 C の状態からエピタキシャル層 1 2 が上方へ向かって急成長する際に、転位 1 4 は殆ど上方に延びない。このため、第 2 のエピタキシャル層 1 2 の上面は、ボイドや貫通転位が無く埋め込み性及び平坦性に優れた面になる。

以上のように第 2 のエピタキシャル層 1 2 を形成した後、図 1 D に示す第 4 の工程に進む。第 4 の工程では、ウエハをエッチング装置内に設置し、アンモニア系エッチング液で GaAs 基板 2 を完全に除去する。さらに、GaAs 基板 2 を除去した後、GaAs 基板 2 の除去面、すなわちバッファ層 4 の下面に研磨処理を施して本実施形態に係る GaN 単結晶基板 1 3 が完成する。

尚、第 2 のエピタキシャル層 1 2 の一部に異常粒成長が生じた場合や、第 2 のエピタキシャル層 1 2 の層厚が不均一になった場合は、第 2 のエピタキシャル層 1 2 の上面に研磨処理を施して鏡面に仕上げる。具体的には、第 2 のエピタキシャル層 1 2 の上面にラッピング研磨を施した後、さらに、バフ研磨を施すことが好ましい。

また、図 1 B 及び図 4 に示されているマスク部の幅 P は、約 $2\mu\text{m}$ ～ 約 $20\mu\text{m}$ の範囲内であることが好ましい。マスク部の幅 P を前記下限よりも小さくすると、第 2 のエピタキシャル層 1 2 のラテラル成長の効果が低減する傾向にあり、一方、幅 P を前記上限よりも大きくすると、第 2 のエピタキシャル層 1 2 の成長時間が長くなって量産性が低下する傾向にある。さらに、ストライプ窓 1 0 の窓幅 Q は約 $0.3\mu\text{m}$ ～ 約 $10\mu\text{m}$ の範囲内にすることが好ましい。ストライプ窓

10の窓幅Qをこの範囲にすることで、マスクの効果を引き出すことができる。

また、図1Aに示す第1の工程で、Ga₂N₃からなるバッファ層4を成長させる場合を述べたが、Ga₂N₃の代わりにAl₂N₃からなるバッファ層4を成長させてもよい。この場合は、MOVPE法を使用することができる。具体的には、反応容器内をあらかじめ十分に真空排気した後、常圧にて、GaAs(111)A基板を用いる場合は約550℃～約700℃に、GaAs(111)B基板を用いる場合は約550℃～約700℃にGaAs基板2を昇温保持した状態で、キャリアガスとして水素、原料ガスとしてトリメチルアルミニウム(TMA)とアンモニア(NH₃)を導入する。そして、このような処理により、GaAs基板2上に、厚さ約1000Å～約10000ÅのAl₂N₃からなるバッファ層4が形成される。

[第2実施形態]

次に、第2実施形態に係るGa₂N₃単結晶基板及びその製造方法を、図6A～図6Dの製造工程図を用いて説明する。

まず、図6Aに示す第1の工程において、GaAs基板2上に、直接SiN又はSiO₂から成るマスク層8を形成する。マスク層8は、厚さ約100nm～約500nmのSiN膜又はSiO₂膜をプラズマCVD等により形成し、このSiN膜又はSiO₂膜をフォトリソグラフィ技術でパターンニングすることにより形成される。

図7は、図6Aに示す第1の工程におけるウエハの平面図である。図6A及び図7に示されているように、本実施形態のマスク層8にも、第1実施形態と同様に複数のストライプ状のストライプ窓10が形成されている。なお、ストライプ窓10は、GaAs基板2の<11-2>方向に延在するように形成されている。また、図7の矢印は、GaAs基板2の結晶方位を示している。

マスク層8を形成した後、図6Bに示す第2の工程に進み、ストライプ窓10

内のGaAs基板2上にバッファ層24を形成する。バッファ層24は、第1実施形態と同様に、HVPE法、有機金属塩化物気相成長法、MOCVD法などで形成することができる。尚、バッファ層24の厚さは、約50nm～約120nmにすることが好ましい。

- 5 次に、図6Cに示す第3の工程において、バッファ層24上にGaNからなるエピタキシャル層26を成長させる。エピタキシャル層26は、第1実施形態と同様に、HVPE法、有機金属塩化物気相成長法、MOCVD法などにより、厚さ約150μm～約1000μmまで成長させることが好ましい。また、この場合も、エピタキシャル層のラテラル成長によって、エピタキシャル層26の結晶欠陥、特に、マスク層8のマスク部上方、及び、エピタキシャル層26の上面の結晶欠陥を低減させることができる。

- 10 ここで、上述のように、ストライプ窓10は、GaAs基板2の<11-2>方向に延在するように形成されいるため、ストライプ窓10の幅方向とGaAs基板2の<1-10>方向とがほぼ一致する。そして、一般的に、GaNエピタキシャル層は、GaAs基板2の<1-10>方向へ成長する速度が速いため、
- 15 エピタキシャル層26のラテラル成長が始まってから隣接するエピタキシャル層26同士が一体化するまでの時間が短縮される。このため、エピタキシャル層26の成長速度が速くなる。

- 20 尚、ストライプ窓10は、必ずしもGaAs基板2の<11-2>方向に延在させる必要はなく、例えば、GaAs基板2の<1-10>方向に延在するように形成してもよい。

- エピタキシャル層26を成長させた後、図6Dに示す第4の工程に進み、GaAs基板2を除去して本実施形態のGaN単結晶基板27が完成する。尚、GaAs基板2の除去方法としては、例えばエッチングがある。アンモニア系エッチング液を用いてGaAs基板2に約1時間ウェットエッチングを施すことにより、
- 25 当該GaAs基板2を除去することができる。なお、王水を用いて、GaAs基

板2にウエットエッチングを施すこともできる。また、GaAs基板2を除去した後、GaAs基板2の除去面、すなわちマスク層8及びバッファ層24の下面に研磨処理を施してもよい。さらに、第1実施形態と同様に、エピタキシャル層26の上面に研磨処理を施してもよい。

- 5 以上のように、本実施形態のGaN単結晶基板の製造方法によれば、エピタキシャル層を1回成長させるだけで結晶欠陥が少なく内部応力の小さなGaN基板を製造することができるため、第1実施形態と比べて製造工程数を低減でき、かつ、コスト削減を図ることができる。

10 [第3実施形態]

第3実施形態の説明をする前に、本実施形態に係るGaN単結晶基板及びその製造方法を完成させるに至った経緯を説明する。

- 15 光半導体デバイスの特性を向上させる要求に応えるため、本発明者らは、より高品質のGaN基板を製作すべく試行錯誤を繰り返した。その結果、本発明者らは、高品質のGaN基板を製作するためには、成長したGaNエピタキシャル層の内部応力を低減させることが重要であることを見出した。

- 20 一般に、GaNエピタキシャル層の内部応力は、熱応力と真の内部応力とに分けて考えることができる。この熱応力は、GaAs基板とエピタキシャル層との熱膨張係数の差に起因して生じるものである。また、この熱応力によりGaN基板が反る方向を予測することができるが、GaAs基板を除去しない状態におけるGaN基板全体の実際の反りが、予測した方向とは反対の方向であること、さらにGaAs基板を除去した後にもGaN基板に大きな反りが発生することから、GaNエピタキシャル層に真の内部応力が存在することが明らかとなった。

- 25 真の内部応力は、成長の初期段階から存在するものであり、成長したGaNエピタキシャル層中の真の内部応力は、測定の結果、 $0.2 \times 10^9 \sim 2.0 \times 10^9 \text{ dyn/cm}^2$ 程度であることが分かった。ここで、真の内部応力の算出す

るために用いたストーニー (Stoney) の式を説明する。基板上に薄膜が形成されたウエハにおいて、内部応力 σ は、下記数式 (1) :

$$\sigma = \frac{Eb^2\delta}{3(1-\nu)I^2d}$$

〔数式 (1) 中、 σ は内部応力、 E は剛性率、 ν はポアソン比、 b は基板の厚さ、
5 d は薄膜の厚さ、 I は基板の直径、 δ はウエハの撓みを示す。〕

によって与えられる。GaN 単結晶の場合は、 $d = b$ として、下記数式 (2) :

$$\sigma = \frac{Ed\delta}{3(1-\nu)I^2}$$

〔数式 (2) 中、記号は数式 (1) と同じものを示す。〕

となる。この数式 (2) に基づいて、本発明者らは、上述のようなエピタキシャル層における真の内部応力の値を算出した。
10

真の内部応力や熱応力等の内部応力が存在すると、基板に反りが生じたり、クラック等が発生し、広面積、高品質の GaN 単結晶基板を得ることができない。そこで、本発明者らは、真の内部応力が発生する原因を追及した。その結果到達した真の内部応力の発生原因は以下の通りである。即ち、GaN エピタキシャル層は、一般的に結晶が六角柱状となっており、この柱状粒の界面にはわずかな傾きを持った粒界が存在し、原子配列の不整合が観察される。さらに、GaN エピタキシャル層中には、多くの転位が存在する。そして、これら粒界や転位が、欠陥の増殖、消滅を通じて GaN エピタキシャル層の体積収縮等を生じさせ、真の内部応力の発生原因になっているのである。
15

かかる真の内部応力の発生原因を踏まえて完成された発明の実施形態が、第 3 実施形態～第 7 実施形態に係る GaN 単結晶基板及びその製造方法である。
20

以下、第 3 実施形態に係る GaN 単結晶基板及びその製造方法を、図 8 A～図 8 D の製造工程図を用いて説明する。

図 8 A に示す第 1 の工程では、第 1 実施形態と同様の方法で、GaAs 基板 2

上にGa₂N₃からなるバッファ層4およびGa₂N₃からなる第1のエピタキシャル層(下層エピタキシャル層)6を成長させる。次いで、図8Bに示す第2の工程では、第1のエピタキシャル層6上にSi₃N₄又はSiO₂からなるマスク層28を形成する。本実施形態が第1実施形態と異なる点は、このマスク層28の形状にある。

ここで、図9を用いて、マスク層28の形状を説明する。図9に示されているように、本実施形態では、マスク層28に、正方形の開口窓30が複数形成されている。そして、各開口窓10を第1のエピタキシャル層6の<10-10>方向にピッチLで配列し、<10-10>窓群32が形成されている。そして、この<10-10>窓群32は、各開口窓10の中心位置が隣り合う<10-10>窓群32の各開口窓10の中心位置に対して<10-10>方向に1/2Lずらしながら、第1のエピタキシャル層6の<1-210>方向にピッチdで複数並設されている。尚、ここでいう各開口窓30の中心位置とは、各開口窓30の重心位置を意味する。また、各開口窓30を一辺の長さが2μmの正方形とし、ピッチLを6μm、ピッチdを5μmとした。

次に、図8Cに示す第3の工程では、第1実施形態と同様の方法で、マスク層28上に第2のエピタキシャル層34を成長させる。

ここで、図10A及び図10Bを用いて、第2のエピタキシャル層34の成長過程を説明する。図10Aは、第2のエピタキシャル層34の成長初期段階を示している。この図に示されているように、成長初期において、各開口窓30から正六角錐または正六角錐台のGa₂N₃結晶粒36が成長する。そして、図10Bに示されているように、このGa₂N₃結晶粒36がマスク層28上にラテラル成長すると、各々のGa₂N₃結晶粒36は、他のGa₂N₃結晶粒36との間に隙間(ビット)を設けることなく繋がる。そして、各Ga₂N₃結晶粒36がマスク層28を覆い、表面が鏡面状の第2のエピタキシャル層34が形成される。

即ち、<10-10>方向に各開口窓30の中心を1/2Lずらしながら、<

10-10>窓群32を<1-210>方向に複数並設しているため、正六角錐台のGa_{0.5}N結晶粒36は隙間を殆ど生じることなく成長し、この結果、真の内部応力が大幅に低減される。

5 また、第1実施形態と同様に、第2のエピタキシャル層34のマスク層28のマスク部上方に相当する領域では、Ga_{0.5}N結晶粒36のラテラル成長の効果により転位が殆ど発生しない。

第2のエピタキシャル層34を成長させた後、図8Dに示す第4の工程に進み、GaAs基板2をエッチング処理等によって除去し、本実施形態のGa_{0.5}N単結晶基板35が完成する。

10 本実施形態では、上述のように、マスク層28の各開口窓30の形状を一边が2μmの方形としたが、マスク層28の開口窓30の形状及び寸法はこれに限られず、成長条件等に応じて適宜調整することが望ましい。例えば、一边が1~5μmの方形、直径が1~5μmの円形にすることができる。さらに、各窓10の形状は、方形、円形に限られることはなく、楕円形、多角形にすることもできる。

15 この場合、各開口窓30の面積は、0.7μm²~50μm²にすることが望ましい。各開口窓30の面積をこの範囲よりも大きくしすぎると、各開口窓30内のエピタキシャル層34で欠陥が多発し、内部応力が増加する傾向にある。一方、各開口窓30の面積をこの範囲よりも小さくしすぎると、各開口窓30の形成が困難となり、また、エピタキシャル層34の成長速度も低下してしまう傾向にある。

20 また、各開口窓30の総面積は、マスク層28の全ての開口窓30及びマスク部を合わせた全面積の10~50%であることが望ましい。各開口窓30の総面積をこの範囲にした場合、Ga_{0.5}N単結晶基板の欠陥密度及び内部応力を著しく低減することができる。

また、本実施形態では、ピッチLを6μm、ピッチdを5μmとしたが、ピッチL及びピッチdの長さは、これに限定されるものではない。ピッチLは、3~10μmの範囲にすることが望ましい。ピッチLが10μmよりも長すぎると、

25

GaN結晶粒36同士が繋がるまでの時間が増加し、第2のエピタキシャル層34の成長に多大な時間を費やすことになる。一方、ピッチLが $3\mu\text{m}$ よりも短すぎると、結晶粒36がラテラル成長する距離が短くなり、ラテラル成長の効果が小さくなってしまう。また、同様の理由から、ピッチdは、 $0.75L \leq d \leq 1.3L$ となる範囲にすることが望ましい。特に、 $d = 0.87L$ のとき、即ち $\langle 10-10 \rangle$ 方向に隣接する二つの開口窓30と、この二つの開口窓34の $\langle 1-210 \rangle$ 方向に存在すると共に、この二つの開口窓34までの距離が最も短い一つの開口窓30とを結ぶと正三角形ができるときに、全面に結晶粒が隙間無く並びエピタキシャル層34に生じるピットが最も少なくなり、GaN単結晶基板の欠陥密度及び内部応力を最小にすることができる。

また、 $\langle 10-10 \rangle$ 窓群32の各開口窓30が隣接する $\langle 10-10 \rangle$ 窓群32の各開口窓30と $\langle 10-10 \rangle$ 方向にずれている距離は、必ずしも正確に $1/2L$ である必要はなく、 $2/5L \sim 3/5L$ 程度であれば、内部応力の低減を図ることができる。

尚、マスク層28の厚さは、約 $0.05\mu\text{m} \sim 0.5\mu\text{m}$ の範囲にすることが望ましい。これは、マスク層28がこの範囲よりも厚すぎるとGaNの成長中にクラックが入ってしまい、一方、この範囲よりも薄すぎるとGaNの成長中にGaAs基板が蒸発損傷を受けるからである。

20 [第4実施形態]

次に、第4実施形態に係るGaN単結晶基板及びその製造方法を、図11A～図11Dの製造工程図を用いて説明する。本実施形態は、マスク層の形状以外は、第2実施形態と同様である。

まず、図11Aに示す第1の工程において、GaAs基板2上に直接、SiN又は SiO_2 から成るマスク層38を形成する。マスク層38は、厚さ約 $100\text{nm} \sim 500\text{nm}$ のSiN膜又は SiO_2 膜をプラズマCVD等により形成し、

このSiN膜又はSiO₂膜をフォトリソグラフィ技術でパターンニングすることにより形成される。

図12は、図11Aに示す第1の工程におけるウエハの平面図である。図12に示されているように、本実施形態のマスク層38の形状は、第3実施形態のマスク層28と同様の形状である。マスク層38には、複数の開口窓40が形成されている。そして、各開口窓40がGaAs基板2の<11-2>方向にピッチLで配列され、<11-2>窓群42が形成されている。そして、この<11-2>窓群42は、各開口窓40の中心位置が隣り合う<11-2>窓群42の各開口窓40の中心位置に対して<11-2>方向に1/2Lずれながら、GaAs基板2の<1-10>方向にピッチdで複数並設されている。本実施形態のマスク層38が第3実施形態のマスク層28と異なるのは、このような各開口窓の配列方向のみである。

マスク層38を形成した後、図11Bに示す第2の工程で、開口窓40内のGaAs基板2上にバッファ層24を形成する。

次いで、図11Cに示す第3の工程でバッファ層24上にGaNからなるエピタキシャル層26を成長させる。

本実施形態においても、第3実施形態と同様に、成長初期において、各開口窓40から正六角錐台のGaN結晶粒が成長する。そして、このGaN結晶粒がマスク層38上にラテラル成長すると、各々のGaN結晶粒は、他のGaN結晶粒との間に隙間（ビット）を設けることなく繋がる。そして、各GaN結晶粒がマスク層38を覆い、表面が鏡面状のエピタキシャル層26が形成される。

即ち、GaAs基板2の<11-2>方向に各開口窓40の中心を1/2Lずらしながら、<11-2>窓群42を<1-10>方向に複数並設しているため、正六角錐台のGaN結晶粒は隙間を殆ど生じることなく成長し、この結果、真の内部応力が大幅に低減される

尚、各開口窓40は、必ずしもGaAs基板2の<11-2>方向に延在させ

る必要はなく、例えば、GaAs基板2の<1-10>方向に延在するように形成してもよい。

エピタキシャル層26を成長させた後、図11Dに示す第4の工程に進み、GaAs基板2を除去して本実施形態のGaN単結晶基板39が完成する。なお、
5 GaN単結晶基板39の表面や裏面の粗さが大きいときは、表面および裏面を研磨してもよい。

以上のように、本実施形態のGaN単結晶基板の製造方法によれば、エピタキシャル層を1回成長させるだけで、結晶欠陥が大幅に低減したGaN基板を製造することができ、コスト削減を図ることができる。

10

[第5実施形態]

図13A～図13Eを用いて、第5実施形態のGaN単結晶基板及びその製造方法を説明する。

まず、図13Aに示す第1の工程で、第4実施形態と同様にGaAs基板2上に好ましくは厚さ約100nm～約500nmのマスク層38を形成する。
15

次に、図13Bに示す第2の工程で、開口窓40内のGaAs基板2上に、好ましくは厚さ約500nm～約1200nmのバッファ層24を形成する。

次いで、図13Cに示す第3の工程で、バッファ層24及びマスク層38上にGaNからなる第1のエピタキシャル層44を成長させる。第1のエピタキシャル層44の厚さは、約50μm～約300μmの範囲内にすることが好ましい。
20 本実施形態においても、第3実施形態および第4実施形態と同様に、各開口窓40から成長するGaN結晶粒は、他のGaN結晶粒との間に隙間（ビット）を設けることなく繋がり、マスク層38を埋め込むような構造となる。

図13Dに示す第4の工程では、第1のエピタキシャル層44を形成したウェハをエッチング装置内に配置し、王水で約10時間エッチングすることにより、
25 GaAs基板2を完全に除去する。このようにして、一旦、厚さ約50μm～約

300 μm の薄厚のGa N単結晶基板を形成する。

図13Eに示す第5の工程では、第1のエピタキシャル層44上に、上述のH V P E法、有機金属塩化物気相成長法、M O C V D法等によって、Ga Nからなる第2のエピタキシャル層46を厚さ約100 μm ～約700 μm 成長させる。

5 これにより、厚さ約150 μm ～約1000 μm のGa N単結晶基板47が形成される。

以上のように、本実施形態では、第2のエピタキシャル層46を成長させる前にGa A s基板2を除去するため、Ga A s基板2と、バッファ層24及びエピタキシャル層44、46との熱膨張係数の差に起因する熱応力の発生を防止することができ
10 る。このため、Ga A s基板2を途中で除去せずにエピタキシャル層を最後まで成長させる場合と比較して、反りやクラックの少ない高品質のGa N単結晶基板を作製することができる。

尚、上述のように、第1のエピタキシャル層44の厚さを約300 μm 以下にするのは、第1のエピタキシャル層44が厚すぎると、熱応力の影響が大きくなるためである。一方、第1のエピタキシャル層44の厚さを約50 μm 以上にするのは、第1のエピタキシャル層44が薄すぎると、機械的強度が弱く、ハンド
15 リングが困難なためである。

また、ここではマスク層として第4実施形態のマスク層を用いる場合を説明したが、本実施形態のマスク層に、第2実施形態のようなストライプ窓を有するマスク層を用いてもよい。さらに、Ga N単結晶基板47の表面や裏面の粗さが大きいときは、表面および裏面を研磨してもよい。
20

[第6実施形態]

次に、図14を用いて、第6実施形態に係るGa N単結晶基板及びその製造方法を説明する。本実施形態のバッファ層およびエピタキシャル層の形成方法は、
25 第3実施形態の方法と同じであり、マスク層の開口窓の形状のみ第3実施形態と

異なる。

図14は、本実施形態で用いたマスク層48の各開口窓の形状及び配置を示した図である。図のように、各開口窓は長方形（短冊状）に形成され、マスク層48の直ぐ下の層である第1のエピタキシャル層6の<10-10>方向を長手方向とする長方形窓50となっている。各長方形窓50が第1のエピタキシャル層6の<10-10>方向にピッチLで配列されて、<10-10>長方形窓群52が形成されている。そして、この<10-10>長方形窓群52は、隣り合う<10-10>長方形窓群52と<10-10>方向に各長方形窓50の中心位置を $1/2L$ ずらしながら、第1のエピタキシャル層6の<1-210>方向にピッチdで複数並設されている。

尚、ピッチLは、長方形窓50の長手方向の長さが長い場合に、第2のエピタキシャル層が<10-10>方向にラテラル成長しない領域が広がって、内部応力が低減されにくくなることに鑑み、約 $4\mu\text{m}$ ～約 $20\mu\text{m}$ の範囲にすることが望ましい。また、長手方向、即ち<10-10>方向に隣り合う長方形窓50間のマスクの長さは、約 $1\mu\text{m}$ ～約 $4\mu\text{m}$ にすることが望ましい。これは、<10-10>方向へのGa₂Nの成長が遅いため、マスク長さを長くし過ぎると、第2のエピタキシャル層の形成に長時間を費やしてしまうからである。

また、第1のエピタキシャル層6の<1-210>方向に隣り合う長方形窓群52間のマスク幅（d-w）は、約 $2\mu\text{m}$ ～約 $10\mu\text{m}$ にすることが望ましい。マスク幅（d-w）が広すぎると、六角柱状の結晶粒が連続化するのに時間がかかり、一方、マスク幅（d-w）が狭すぎると、ラテラル成長の効果が得られず、結晶欠陥が低減されにくくなるためである。さらに、各長方形窓50の幅wは、約 $1\mu\text{m}$ ～約 $5\mu\text{m}$ にすることが望ましい。これは、幅wを広くしすぎると、各長方形窓50内のGa₂N層で欠陥が多発する傾向にあり、他方、幅wを狭くしすぎると、各長方形窓50の形成が困難となり、第2のエピタキシャル層の成長速度も低下する傾向にあるからである。

このようなマスク層 48 を形成した後、第 3 実施形態と同様に、マスク層 48 上に GaN からなる第 2 のエピタキシャル層 12 を成長させるが、本実施形態においても、第 2 のエピタキシャル層 12 の成長初期において、各長方形窓 50 から正六角錐台の GaN 結晶粒が成長する。そして、この GaN 結晶粒がマスク層 48 上にラテラル成長すると、各々の GaN 結晶粒は、他の GaN 結晶粒との間に隙間（ビット）を設けることなく繋がり、マスク層 48 を埋め込むような構造となる。

即ち、第 1 のエピタキシャル層 6 の $\langle 10-10 \rangle$ 方向に各長方形窓 50 の中心位置を $1/2L$ ずらしながら、 $\langle 10-10 \rangle$ 長方形窓群 52 を第 1 のエピタキシャル層 6 の $\langle 1-210 \rangle$ 方向に複数並設しているため、正六角錐台の GaN 結晶粒はビットを生じることなく成長し、結晶欠陥の低減および真の内部応力の低減を図ることができる。

また、第 3 実施形態と同様に、第 2 のエピタキシャル層のマスク層 48 のマスク部上方に相当する領域では、GaN 結晶粒のラテラル成長の効果により転位が殆ど発生しない。

さらに、各長方形窓 50 の長手方向が第 1 のエピタキシャル層 6 の $\langle 10-10 \rangle$ 方向と一致するように各長方形窓 50 が形成されているため、マスク層 48 上に成長させる第 2 のエピタキシャル層の成長速度を速めることができる。これは、GaN の成長初期に成長速度の速い $\{1-211\}$ 面が現れて、 $\langle 1-210 \rangle$ 方向への成長速度が増加し、各長方形窓 50 内に形成された島状の GaN 結晶粒が連続膜化するまでの時間が短くなるためである。

また、本実施形態とは異なり、第 1 のエピタキシャル層 6 を介さず、直接 GaAs 基板 2 上にマスク層 48 を形成しても、マスク層 48 上に形成する第 2 のエピタキシャル層の成長速度を向上することができる。この場合は、長方形窓 50 の長手方向が、マスク層 48 の下層の GaAs 基板 2 の $\langle 11-2 \rangle$ 方向と一致するように形成することが好ましい。

[第7実施形態]

次に、図15を用いて、第7実施形態に係るGaN単結晶基板及びその製造方法を説明する。本実施形態は、マスク層の窓の形状に特徴がある。バッファ層およびエピタキシャル層は、上記各実施形態と同様に形成する。

図15に示されているように、本実施形態では、マスク層58の各開口窓が正六角リング状に形成された六角窓60となっている。そして、この六角窓60の六つの各辺が、マスク層58の下層のエピタキシャル層の $\langle 10-10 \rangle$ 方向と一致するように形成されている。六角窓60の各辺をこの方向に形成することにより、マスク層58上に形成するエピタキシャル層の成長速度を速めることができる。これは、GaNの成長初期に、成長速度の速い $\{1-211\}$ 面が $\langle 1-210 \rangle$ 方向に成長するためである。尚、六角窓60の窓幅aは約 $2\mu\text{m}$ 、外側の正六角形の一辺の長さbは約 $5\mu\text{m}$ 、隣接する六角窓60間のマスク幅wは約 $3\mu\text{m}$ にすることが望ましい。但し、これらの値は、この範囲に限定されるものではない。また、図15中の矢印は、マスク層58の下層のエピタキシャル層の結晶方位を示している。

マスク層58上にエピタキシャル層を成長させた後、ウエハにエッチング処理を施すことにより、GaAs基板を完全に除去する。更に、GaAs基板の除去面を研磨処理して、本実施形態のGaN単結晶基板を形成する。

本実施形態のGaN単結晶基板も、上記各実施形態と同様に、マスク層上のエピタキシャル層のマスク部上方に相当する領域では、GaN結晶粒のラテラル成長の効果により転位が殆ど発生しない。

なお、本実施形態とは異なり、エピタキシャル層を介さず直接GaAs基板上にマスク層58を形成しても、マスク上に形成するエピタキシャル層の成長速度を向上させることができる。この場合は、この六角窓42の六つの各辺が、GaAs基板の $\langle 11-2 \rangle$ 方向と一致するように形成する。

[第8実施形態]

次に、図16A～図16Fを用いて、第8実施形態に係るGa₂N単結晶基板及びその製造方法を説明する。

- 5 図16Aに示す第1の工程におけるマスク層8の形成、図16Bに示す第2の工程におけるバッファ層24の形成、図16Cに示す第3の工程におけるエピタキシャル層26の成長、図16Dに示す第4の工程におけるGaAs基板2の除去は、第2実施形態の同様に行われるため、説明は省略する。尚、GaAs基板2が除去されたGa₂N単結晶基板の厚さは、第2実施形態と同様に約50μm～約300μm程度、あるいは、それ以上であることが望ましい。

- 10 図16Eに示す第5の工程では、図16Dに示すGa₂N単結晶を種結晶として、エピタキシャル層26上にGa₂Nからなるエピタキシャル層62を成長させて、Ga₂N単結晶のインゴット64を形成する。尚、エピタキシャル層62の成長方法としては、上記各実施形態と同様にHVPE法、有機金属塩化物気相成長法、
- 15 MOCVD法等があるが、本実施形態では、この他、昇華法を採用してもよい。昇華法は、図22に示すような成長装置90を用いて行われる成長法であり、より詳しくは、原料とするGa₂N粉末92と基板2とが対向して設置された反応炉94内に、高温中でNH₃ガス等を流し込み、これによりGa₂N粉末の蒸発拡散を進行させながらNH₃ガスを流し込み、基板2上にGa₂Nを成長させる気相成長方法である。この昇華法は、微妙な制御が困難であるが、エピタキシャル層の厚付け、即ち、インゴットの作製には適している。本実施形態では、反応炉の温度を約1000℃～約1300℃に設定し、窒素ガスをキャリアガスとして、アンモニアを約10sccm～約100sccm流し込む。

- 25 次に、図16Fに示す第6の工程では、Ga₂N単結晶のインゴット64を複数枚のGa₂N単結晶基板66にする。インゴット64を複数枚のGa₂N単結晶基板にする方法としては、インゴット64を内周歯のスライサー等により切断する方

法とGaN単結晶の劈開面に沿ってインゴット64を劈開する方法とがある。尚、切断処理と劈開処理の両方を用いてもよい。

5 以上のように、本実施形態によれば、GaN単結晶のインゴットを複数枚に切断又は劈開するため、簡単な作業で、結晶欠陥が低減されたGaN単結晶基板を複数枚得ることができる。すなわち、上記各実施形態と比較して、量産性を向上させることができる。

尚、インゴット64の高さは、約1cm以上にすることが好ましい。インゴット64が1cmよりも低すぎると量産効果がないためである。

10 また、本実施形態の製造方法は、図6Aから図6Dに示す第2実施形態の製造工程を経たGaN単結晶基板上に基づいてインゴット64を形成するものであるが、本実施形態はこの方法には限られない。この他、第1実施形態～第7実施形態の製造工程を経たGaN単結晶基板に基づいてインゴット64を形成するようにしてもよい。

15 尚、本実施形態のGaN単結晶基板66は、故意のドーピングなしで、キャリア濃度がn型で $1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3} \sim 1 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ の範囲内、電子移動度が $60 \text{ cm}^2 \sim 800 \text{ cm}^2$ の範囲内、比抵抗が $1 \times 10^{-4} \Omega \text{ cm} \sim 1 \times 10 \Omega \text{ cm}$ の範囲内になるように制御可能であることが実験により判明した。

[第9実施形態]

20 次に、図17A～図17Cを用いて、第9実施形態に係るGaN単結晶基板及びその製造方法を説明する。

図17Aに示す第1の工程では、GaAs基板2上に、マスク層8及びバッファ層24を形成する。マスク層8およびバッファ層24の形成方法は、上記各実施形態と同様である。

25 次に、図17Bに示す第2の工程では、GaNからなるエピタキシャル層68を一気に成長させて、インゴット70を形成する。エピタキシャル層68の成長

方法は、第8実施形態のエピタキシャル層62の成長方法と同様である。尚、インゴット70の高さは、約1 cm以上にすることが好ましい。

図17Cに示す第3の工程では、第8実施形態の第6の工程と同様に、切断処理又は劈開処理によって、GaN単結晶のインゴット70を複数枚のGaN単結晶基板72にする。

以上のように、本実施形態によれば、GaN単結晶のインゴットを複数枚に切断又は劈開するため、簡単な作業で、結晶欠陥が低減されたGaN単結晶基板を複数枚得ることができる。すなわち、第1実施形態～第7実施形態と比較して、量産性を向上させることができる。さらに、GaNエピタキシャル層の成長は一回だけなので、第8実施形態と比較しても、製造プロセスの簡略化およびコスト削減を図ることができる。

尚、本実施形態のGaN単結晶基板72も、第8実施形態のGaN単結晶基板66と同様に、故意のドーピングなしで、キャリア濃度がn型で $1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3} \sim 1 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ の範囲内、電子移動度が $60 \text{ cm}^2 \sim 800 \text{ cm}^2$ の範囲内、比抵抗が $1 \times 10^{-4} \Omega \text{ cm} \sim 1 \times 10 \Omega \text{ cm}$ の範囲内になるように制御可能であることが実験により判明した。

[第10実施形態]

図18A～図18Bを用いて、第10実施形態に係るGaN単結晶基板及びその製造方法を説明する。

まず、図18Aに示す第1の工程で、上記第8実施形態で製造されたGaN単結晶基板66上にエピタキシャル層74を成長させて、GaN単結晶のインゴット76を形成する。エピタキシャル層74の成長方法には、上記各実施形態と同様に、HVPE法、有機金属塩化物気相成長法、MOCVD法、昇華法等を用いることができる。

次に、図18Bに示す第2の工程では、切断処理又は劈開処理によって、Ga

N単結晶のインゴット76を複数枚のGaN単結晶基板78にする。これにより、本実施形態のGaN単結晶基板78が得られる。

- 5 以上のように、本実施形態では、既に製造されたGaN単結晶基板に基づいてインゴットを作製するため、簡単な作業で、結晶欠陥が低減されたGaN単結晶基板を複数枚得ることができる。尚、本実施形態では、第8実施形態で製造されたGaN単結晶基板66を種結晶としてインゴットを作製したが、インゴットの種結晶はこれには限られない。例えば、第9実施形態のGaN単結晶基板72を種結晶として用いることもできる。

10 [第11実施形態]

図19A～図19Cを用いて、第11実施形態に係るGaN単結晶基板及びその製造方法を説明する。

まず、図19Aに示す第1の工程で、GaAs基板2上に、厚さ約50nm～約120nmのバッファ層79を形成する。

- 15 次に、図19Bに示す第2の工程で、マスク層を形成せずに、バッファ層79上にGaNからなるエピタキシャル層81を成長させて、高さ約1cm以上のGaN単結晶のインゴット83を形成する。尚、エピタキシャル層81を成長させるには、HVPE法、有機金属塩化物気相成長法、MOCVD法、昇華法等を用いることができる。ここで、本実施形態ではマスク層を形成しないため、エピタキシャル層のラテラル成長は起こらず結晶欠陥は少なくないが、エピタキシャル層を厚くすることで転位を低減することができる。
- 20

最後に、図19Cに示す第3の工程では、切断処理又は劈開処理によって、GaN単結晶のインゴット83を複数枚のGaN単結晶基板85にする。

- 25 以上のように、本実施形態によれば、GaN単結晶のインゴットを複数枚に切断又は劈開するため、簡単な作業で、結晶欠陥が低減されたGaN単結晶基板を複数枚得ることができる。すなわち、第1実施形態～第7実施形態と比較して、

量産性を向上させることができる。

[発光デバイス及び電子デバイス]

上記各実施形態により製造されるGaN単結晶基板は、n型で導電性を有するため、その上にMOCVD法などでInGaN活性層を含むGaN系の層をエピタキシャル成長させることにより、発光ダイオード等の発光デバイスや電界効果トランジスタ(MESFET)等の電子デバイスを形成することができる。これらの発光デバイス等は、上記各実施形態で製造された結晶欠陥が少ない高品質のGaN基板を使用して作製されているため、サファイア基板を用いた発光デバイス等と比較して特性が著しく向上する。また、GaN単結晶基板に成長させたエピタキシャル層の(0001)面がGaN単結晶基板の(0001)面に対して平行にホモエピタキシャル成長し、劈開面が一致するため、上記発光デバイス等は優れた性能を有する。

図20は、第3実施形態で得られたGaN単結晶基板35を用いた発光ダイオード80を示す図である。この発光ダイオード80は、GaN単結晶基板35上に、GaNバッファ層101と、Siドープn型GaN障壁層102と、厚さ300ÅのアンダーブIn_{0.45}Ga_{0.55}N井戸層103と、Mgドープp型Al_{0.2}Ga_{0.8}N障壁層104と、Mgドープp型GaNコンタクト層105と、を成長させた量子井戸構造となっている。この発光ダイオード80は、アンダーブInGaN井戸層103の組成比により発光色を変化することができ、たとえばInの組成比を0.2にすると青色発光になる。

この発光ダイオード80の特性を調べた結果、従来のサファイア基板を用いた発光ダイオードの発光輝度が0.5cdであったのに対し、2.5cdと5倍になった。

尚、かかる発光ダイオードの基板として、第3実施形態のGaN単結晶基板35に限られず、他の実施形態のGaN単結晶基板も当然使用することができる。

図21は、第3実施形態で得られたGaN単結晶基板35を用いた半導体レーザ82を示す図である。半導体レーザ82は、GaN単結晶基板35上に、GaNバッファ層111と、n-GaNコンタクト層112と、n-In_{0.05}Ga_{0.95}Nクラッド層113と、n-Al_{0.08}Ga_{0.92}Nクラッド層114と、n-GaNガイド層115と、SiドープIn_{0.15}Ga_{0.85}N（35オングストローム）/In_{0.02}Ga_{0.08}N（70オングストローム）多層によるMQW層116と、p-Al_{0.2}Ga_{0.8}N内部クラッド層117と、p-GaNガイド層118と、p-Al_{0.08}Ga_{0.92}Nクラッド119層と、p-GaNコンタクト層120と、を成長させ、その上下面から電極をとる構造となっている。

この半導体レーザ82では、従来は数分程度であった発振寿命が100時間を超え、大幅な特性向上を実現することができた。具体的には、従来、約1.5分程度であった発振寿命が、約120時間と増加した。

尚、かかる半導体レーザとして、第3実施形態のGaN単結晶基板35に限られず、他の実施形態のGaN単結晶基板も当然使用することができる。

さらに、図示は省略するが、本実施形態のGaN単結晶基板をもとに電界効果トランジスタ（MESFET）を製作した。この電界効果トランジスタの特性を調べた結果、500℃という高温においても43mS/mmという高い相互コンダクタンス（gm）が得られ、本実施形態のGaN単結晶基板は、電子デバイス用の基板としても有効であることが分かった。

実施例1

第1実施形態のGaN単結晶基板及びその製造方法の実施例である実施例1について、図1A～図1Dを参照して説明する。

GaAs基板2には、GaAs（111）面がGa面となっているGaAs（111）A基板を使用した。また、バッファ層4、第1のエピタキシャル層6、及び第2のエピタキシャル層12は、全て図3に示す気相成長装置を用いて有機金

属塩化物気相成長法によって形成した。

まず、図 1 A に示す第 1 の工程で、バッファ層 4 を有機金属塩化物気相成長法によって形成した。この際、抵抗加熱ヒータ 8 1 によって GaAs 基板 2 の温度を約 500 °C に昇温保持し、トリメチルガリウム (TMG) を分圧 6×10^{-4} atm、塩化水素を分圧 6×10^{-4} atm、アンモニアを分圧 0.13 atm でそれぞれ反応チャンバ 7 9 内に導入した。そして、バッファ層 4 の厚さを約 800 オングストロームにした。

次に、バッファ層 4 上に、有機金属塩化物気相成長法によって第 1 のエピタキシャル層 6 を成長させた。この際、抵抗加熱ヒータ 8 1 によって GaAs 基板 2 の温度を約 970 °C に昇温保持し、トリメチルガリウム (TMG) を分圧 2×10^{-3} atm、塩化水素を分圧 2×10^{-3} atm、アンモニアを分圧 0.2 atm でそれぞれ反応チャンバ 7 9 内に導入した。そして、約 15 $\mu\text{m/hr}$ の成長速度で、第 1 のエピタキシャル層 6 の厚さを約 4 μm にした。

次に、図 1 B に示す第 2 の工程で、第 1 のエピタキシャル層 6 上に SiO₂ からなるマスク層 8 を形成した。この際、ストライプ窓 10 の長手方向を第 1 のエピタキシャル層 6 の [10-10] に向け、マスク層 8 の厚さを約 300 nm、マスク部の幅 P を約 5 μm 、窓幅 Q を約 2 μm とした。

次に、図 1 C に示す第 3 の工程で、有機金属塩化物気相成長法によって第 2 のエピタキシャル層 12 を成長させた。この際、抵抗加熱ヒータ 8 1 によって GaAs 基板 2 の温度を約 970 °C に昇温保持し、トリメチルガリウム (TMG) を分圧 2×10^{-3} atm、塩化水素を分圧 2×10^{-3} atm、アンモニアを分圧 0.25 atm でそれぞれ反応チャンバ 7 9 内に導入した。そして、約 20 $\mu\text{m/hr}$ の成長速度で、第 2 のエピタキシャル層 12 の厚さを約 100 μm にした。

次に、図 1 D に示す第 4 の工程で、ウエハをエッチング装置に設置し、アンモニア系エッチング液で GaAs 基板 2 を約 1 時間ウエットエッチングすることで、GaAs 基板 2 を完全に除去した。そして最後に、GaAs 基板 2 の除去面に研

磨処理を施して、GaN単結晶基板13を完成させた。

本実施例により製造されたGaN単結晶基板の諸特性は以下のようであった。
すなわち、このGaN単結晶基板は、基板面が(0001)面となっており、その結晶性はX線解析によるX線半値幅4.5分、そして、転位密度が単位面積当たり 10^7 (cm^{-2})程度であった。これにより、従来のサファイア基板上にGaNエピタキシャル層を形成した場合の欠陥密度が単位面積当たり 10^9 (cm^{-2})であったのに比べて、結晶欠陥が大幅に低減したことが分かった。

実施例2

次に、第1実施形態の他の実施例である実施例2について、図1A～図1Dを参照して説明する。

GaAs基板2には、GaAs(111)A基板を使用した。また、バッファ層4、第1のエピタキシャル層6、及び第2のエピタキシャル層12は、全て図2に示す気相成長装置を用いてHVPE法によって形成した。

まず、図1Aに示す第1の工程で、バッファ層4をHVPE法によって形成した。この際、抵抗加熱ヒータ61によってGaAs基板2の温度を約500℃に昇温保持し、塩化水素を分圧 5×10^{-3} atm、アンモニアを分圧0.1 atmでそれぞれ反応チャンバ59内に導入した。そして、バッファ層4の厚さを約800オングストロームにした。

次に、バッファ層4上に、HVPE法によって第1のエピタキシャル層6を成長させた。この際、抵抗加熱ヒータ61によってGaAs基板2の温度を約970℃に昇温保持し、塩化水素を分圧 2×10^{-2} atm、アンモニアを分圧0.25 atmでそれぞれ反応チャンバ79内に導入した。そして、成長速度を約80 $\mu\text{m/hr}$ にして、第1のエピタキシャル層6の厚さを約4 μm にした。

次に、図1Bに示す第2の工程で、第1のエピタキシャル層6上にマスク層8を形成した。この際、ストライプ窓10の長手方向を第1のエピタキシャル層6

の $[10-10]$ に向け、マスク層8の厚さを約300nm、マスク部の幅Pを約5 μm 、窓幅Qを約2 μm とした。

次に、図1Cに示す第3の工程で、HVPE法によって第2のエピタキシャル層12を成長させた。この際、抵抗加熱ヒータ61によってGaAs基板2の温度を約970°Cに昇温保持し、塩化水素を分圧 $2.5 \times 10^{-2} \text{atm}$ 、アンモニアを分圧0.25atmでそれぞれ反応チャンバ79内に導入した。そして、成長速度を約100 $\mu\text{m/hr}$ にして、第2のエピタキシャル層12の厚さを約100 μm にした。このように、本実施例では、HVPE法を用いているため、有機金属塩化物物気相成長法を用いた実施例1と比較して、エピタキシャル層の成長速度を速くすることができた。

次に、図1Dに示す第4の工程で、ウエハをエッチング装置に設置し、アンモニア系エッチング液でGaAs基板2を約1時間ウェットエッチングすることで、GaAs基板2を完全に除去した。そして最後に、GaAs基板2の除去面に研磨処理を施して、GaN単結晶基板13を完成させた。

本実施例により製造されたGaN単結晶基板の諸特性は以下のものであった。すなわち、このGaN単結晶基板は、基板面が (0001) 面となっており、その結晶性はX線解析によるX線半値幅4.5分、そして、転位密度が単位面積当たり $5 \times 10^7 (\text{cm}^{-2})$ 程度であった。これにより、従来のサファイア基板上にGaNエピタキシャル層を形成した場合の欠陥密度が単位面積当たり $10^9 (\text{cm}^{-2})$ であったのに比べて、結晶欠陥が大幅に低減したことが分かった。

実施例3

次に、第2実施形態の実施例である実施例3について、図6A～図6Dを参照して説明する。

GaAs基板2には、GaAs (111) 面がAs面となっているGaAs (111) B基板を使用した。また、バッファ層24及び第2のエピタキシャル層2

6は、ともに図3に示す気相成長装置を用いて有機金属塩化物気相成長法によって形成した。

まず、図6Aに示す第1の工程で、GaAs基板2上にマスク層8を形成した。この際、ストライプ窓10の長手方向をGaAs基板2の $[11-2]$ に向け、
5 マスク層8の厚さを約350nm、マスク部の幅Pを約4 μ m、窓幅Qを約2 μ mとした。

次に、図6Bに示す第2の工程で、ストライプ窓10内のGaAs基板2上にバッファ層24を有機金属塩化物気相成長法によって形成した。この際、抵抗加熱ヒータ81によってGaAs基板2の温度を約500 $^{\circ}$ Cに昇温保持し、トリメ
10 チルガリウム(TMG)を分圧 6×10^{-4} atm、塩化水素を分圧 6×10^{-4} atm、アンモニアを分圧0.1atmでそれぞれ反応チャンバ79内に導入した。そして、バッファ層24の厚さを約700オングストロームにした。

次に、図6Cに示す第3の工程で、バッファ層24上に、有機金属塩化物気相成長法によってエピタキシャル層26を成長させた。この際、抵抗加熱ヒータ8
15 1によってGaAs基板2の温度を約820 $^{\circ}$ Cに昇温保持し、トリメチルガリウム(TMG)を分圧 3×10^{-3} atm、塩化水素を分圧 3×10^{-3} atm、アンモニアを分圧0.2atmでそれぞれ反応チャンバ79内に導入した。そして、成長速度を約30 μ m/hrにして、エピタキシャル層26の厚さを約100 μ mにした。

20 次に、図6Dに示す第4の工程で、ウエハをエッチング装置に設置し、アンモニア系エッチング液でGaAs基板2を約1時間ウエットエッチングすることで、GaAs基板2を完全に除去した。そして最後に、GaAs基板2の除去面に研磨処理を施して、GaN単結晶基板27を完成させた。

本実施例により製造されたGaN単結晶基板は、転位密度が単位面積当たり
25 2×10^7 (cm^{-2})程度であった。すなわち、本実施例により製造されたGaN単結晶基板は、実施例1および実施例2のGaN単結晶基板よりは転位密度が大

きかったものの、従来のサファイア基板上にGa₂O₃エピタキシャル層を形成した場合よりも結晶欠陥が大幅に低減したことが分かった。また、本実施例では、実施例1および実施例2よりも製造工程数が少ないため、コスト削減を図ることができた。

5

実施例4

次に、第3実施形態の実施例である実施例4について、図8A～図8Dを参照して説明する。

10 GaAs基板2には、GaAs(111)A基板を使用した。また、バッファ層4、第1のエピタキシャル層6、及び第2のエピタキシャル層34は、全て図3に示す気相成長装置を用いて有機金属塩化物気相成長法によって形成した。

まず、図8Aに示す第1の工程で、バッファ層4を有機金属塩化物気相成長法によって形成した。この際、抵抗加熱ヒータ81によってGaAs基板2の温度を約500℃に昇温保持し、トリメチルガリウム(TM₂G)を分圧 6×10^{-4} atm、塩化水素を分圧 6×10^{-4} atm、アンモニアを分圧0.1atmでそれぞれ反応チャンバ79内に導入した。そして、バッファ層4の厚さを約700オングストロームにした。

次に、バッファ層4上に、有機金属塩化物気相成長法によって第1のエピタキシャル層6を成長させた。この際、抵抗加熱ヒータ81によってGaAs基板2の温度を約970℃に昇温保持し、トリメチルガリウム(TM₂G)を分圧 2×10^{-3} atm、塩化水素を分圧 2×10^{-3} atm、アンモニアを分圧0.2atmでそれぞれ反応チャンバ79内に導入した。そして、約15μm/hrの成長速度で、第1のエピタキシャル層6の厚さを約2μmにした。

25 次に、図8Bに示す第2の工程で、第1のエピタキシャル層6上にSiO₂からなるマスク層28を形成した。この際、開口窓30を1辺の長さが2μmの正方形とし、〈10-10〉窓群32のピッチLを6μm、ピッチdを5μmとし

た。また、隣り合う $\langle 10-10 \rangle$ 窓群32同士を、 $\langle 10-10 \rangle$ 方向に $3\mu\text{m}$ ずつずらした。

次に、図8Cに示す第3の工程で、有機金属塩化物気相成長法によって第2のエピタキシャル層34を成長させた。この際、抵抗加熱ヒータ81によってGaAs基板2の温度を約 1000°C に昇温保持し、トリメチルガリウム (TMG) を分圧 $4 \times 10^{-3} \text{ atm}$ 、塩化水素を分圧 $4 \times 10^{-3} \text{ atm}$ 、アンモニアを分圧 0.2 atm でそれぞれ反応チャンバ79内に導入した。そして、成長速度を約 $25\mu\text{m/hr}$ にして、第2のエピタキシャル層12の厚さを約 $100\mu\text{m}$ にした。

次に、図8Dに示す第4の工程で、ウエハをエッチング装置に設置し、王水でGaAs基板2を約10時間エッチングすることで、GaAs基板2を完全に除去した。そして最後に、GaAs基板2の除去面に研磨処理を施して、GaN単結晶基板35を完成させた。

本実施例により製造されたGaN単結晶基板の諸特性は以下のようであった。すなわち、欠陥密度は、約 $3 \times 10^7 (\text{cm}^{-2})$ 程度であり、従来よりも著しく低減されていた。また、クラックも観察されなかった。また、別途マスク層形成工程を省いて製造したGaN単結晶基板の曲率半径は約 65mm であったが、本実施例のGaN単結晶基板の曲率半径は約 770mm で、GaN単結晶基板の反りをかなり低減させることができた。また、従来 0.05GPa であった内部応力も、本実施例のGaN単結晶基板では約 0.005GPa と約 $1/10$ に低減していた。尚、GaN単結晶基板の内部応力は、上述のストーニーの式(数式(2))により算出した。また、ホール測定により電気特性を算出したところ、n型でキャリア濃度 $2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ 、キャリア移動度 $180 \text{ cm}^2/\text{V} \cdot \text{S}$ であった。

25 実施例5

次に、第5実施形態の実施例である実施例5について、図13A~図13Eを

参照して説明する。

GaAs基板2には、GaAs(111)A基板を使用した。また、バッファ層24、第1のエピタキシャル層44、及び第2のエピタキシャル層46は、全て図2に示す気相成長装置を用いてHVPE法によって形成した。

- 5 まず、図13Aに示す第1の工程で、GaAs基板2上にマスク層38を形成した。この際、開口窓40を直径が $2\mu\text{m}$ の円形とし、 $\langle 11-2 \rangle$ 窓群のピッチLを $6\mu\text{m}$ 、ピッチdを $5.5\mu\text{m}$ とした。また、隣り合う $\langle 11-2 \rangle$ 窓群同士を、 $\langle 11-2 \rangle$ 方向に $3\mu\text{m}$ ずつずらした。

- 10 次に、図13Bに示す第2の工程で、開口窓40内のGaAs基板2上にバッファ層24をHVPE法によって形成した。この際、抵抗加熱ヒータ61によってGaAs基板2の温度を約 500°C に昇温保持し、トリメチルガリウム(TM G)を分圧 $6 \times 10^{-4}\text{atm}$ 、塩化水素を分圧 $6 \times 10^{-4}\text{atm}$ 、アンモニアを分圧 0.1atm でそれぞれ反応チャンバ59内に導入した。そして、バッファ層24の厚さを約700オングストロームにした。

- 15 次に、図13Cに示す第3の工程で、バッファ層24上に、HVPE法によって第1のエピタキシャル層44を成長させた。この際、抵抗加熱ヒータ61によってGaAs基板2の温度を約 970°C に昇温保持し、トリメチルガリウム(TM G)を分圧 $5 \times 10^{-3}\text{atm}$ 、塩化水素を分圧 $5 \times 10^{-3}\text{atm}$ 、アンモニアを分圧 0.25atm でそれぞれ反応チャンバ59内に導入した。そして、成長速度を約 $25\mu\text{m/hr}$ にして、第1のエピタキシャル層44の厚さを約 $50\mu\text{m}$ にした。
- 20

次に、図13Dに示す第4の工程で、ウェハをエッチング装置内に配置し、王水で約10時間エッチングして、GaAs基板2を完全に除去した。このようにして、一旦、厚さ約 $50\mu\text{m}$ の薄厚のGaN単結晶基板を形成した。

- 25 続いて、図13Eに示す第5の工程で、第1のエピタキシャル層44上に、HVPEによって、成長温度 100°C にて塩化水素の分圧 $2 \times 10^{-2}\text{atm}$ 、ア

ンモニアの分圧 0.2 atm で、約 $100 \mu\text{m/hr}$ の成長速度で GaN からなる第 2 のエピタキシャル層 46 を厚さ約 $130 \mu\text{m}$ 成長させた。これにより、厚さ約 $180 \mu\text{m}$ の GaN 単結晶基板 47 を形成した。

- 5 以上のようにして形成された本実施例の GaN 単結晶基板は、測定の結果、基板表面での欠陥密度が $2 \times 10^7 / \text{cm}^2$ 程度と著しく低減されており、クラックも観察されなかった。また、GaN 単結晶基板の反りを従来よりも低減することができ、内部応力も 0.002 GPa と非常に小さいことが分かった。

実施例 6

- 10 次に、第 8 実施形態の実施例である実施例 6 について、図 16 A ~ 図 16 F を参照して説明する。

本実施例では、GaAs 基板 2 として GaAs (111) A 基板を使用した。また、バッファ層 24、エピタキシャル層 26、及びエピタキシャル層 62 は、全て図 2 に示す気相成長装置を用いて HVPE 法によって形成した。

- 15 まず、図 16 A に示す第 1 の工程で、GaAs 基板 2 上にマスク層 8 を形成した。この際、ストライプ窓 10 の長手方向を GaAs 基板 2 の $[11-2]$ に向け、マスク層 8 の厚さを約 300 nm 、マスク部の幅 P を約 $5 \mu\text{m}$ 、窓幅 Q を約 $3 \mu\text{m}$ とした。

- 20 次に、図 16 B に示す第 2 の工程で、GaAs 基板 2 の温度を約 500°C にした状態で、ストライプ窓 10 内の GaAs 基板 2 上にバッファ層 24 を HVPE 法によって形成した。尚、バッファ層 24 の厚さは、約 800 \AA にした。

- 25 次に、図 16 C に示す第 3 の工程で、GaAs 基板 2 の温度を約 950°C にした状態で、バッファ層 24 上に HVPE 法によってエピタキシャル層 26 を約 $200 \mu\text{m}$ 成長させた。

次に、図 16 D に示す第 4 の工程で、GaAs 基板 2 を王水でエッチング除去

した。

図 1 6 E に示す第 5 の工程では、反応チャンバ 5 9 内の温度を 1020°C にした状態で、エピタキシャル層 2 6 上に H V P E 法によってエピタキシャル層 6 2 をさらに厚付けし、G a N 単結晶のインゴット 6 4 を形成した。インゴット 6 4 は、上面の中央部が少し窪んだ形状で、底から上面中央部までの高さは約 2 c m、外径は約 5 5 m m であった。

続いて、図 1 6 F に示す第 6 の工程で、内周歯のスライサーによってインゴット 6 4 を切断し、外径約 5 0 m m、厚さ約 $350\mu\text{m}$ の G a N 単結晶基板 6 6 を 2 0 枚得た。この G a N 単結晶基板 6 6 には、顕著な反りの発生は見られなかった。尚、切断処理後に、G a N 単結晶基板 6 6 には、ラッピング研磨および仕上げ研磨を施した。

上述の実施例 1 ～実施例 5 では、1 回の製造処理により 1 枚の単結晶基板しか得られないが、本実施例においては、1 回の製造処理により 2 0 枚の基板が得られた。また、製造コストは、実施の約 6 5 % に低減された。このように、本実施例では、大幅なコスト削減が図れ、さらに、1 枚あたりの製造時間を短縮することができた。

尚、インゴット 6 4 の最上端部から得られた G a N 単結晶基板 6 6 の電気特性を測定した結果、キャリア濃度は n 型 $2 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$ で、電子移動度は、 $200 \text{cm}^2/\text{Vs}$ 、比抵抗は、 $0.017 \Omega \text{cm}$ であった。

また、インゴット 6 4 の最下端部から得られた G a N 単結晶基板 6 6 の電気特性を測定した結果、キャリア濃度は n 型 $8 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$ で、電子移動度は、 $150 \text{cm}^2/\text{Vs}$ 、比抵抗は、 $0.006 \Omega \text{cm}$ であった。

従って、インゴット 6 4 の中間部の特性は、この間の値、あるいは近傍にあることを品質保証でき、全量検査をする手間を省くことができる。

尚、この G a N 単結晶基板 6 6 を用いて I n G a N を発光層とする L E D を作製したところ、従来のサファイア基板上のものと比較して、発光輝度が約 5 倍

に向上した。発光輝度が向上した理由は、従来のLEDでは、活性層内に多くの貫通転位が存在しているのに対し、本実施例においては発光層内に貫通転位が存在しないためであると考えられる。

5 実施例 7

次に、第 8 実施形態の他の実施例である実施例 7 について、図 16 A～図 16 F を参照して説明する。

本実施例では、GaAs 基板 2 として GaAs (111) A 基板を使用した。
また、バッファ層 24、エピタキシャル層 26、及びエピタキシャル層 62 は、
10 全て図 3 に示す気相成長装置を用いて有機金属塩化物気相成長法によって形成した。

まず、図 16 A に示す第 1 の工程で、GaAs 基板 2 上にマスク層 8 を形成した。この際、ストライプ窓 10 の長手方向を GaAs 基板 2 の $[11-2]$ に向け、マスク層 8 の厚さを約 500 nm、マスク部の幅 P を約 5 μm 、窓幅 Q を約
15 3 μm とした。

次に、図 16 B に示す第 2 の工程で、GaAs 基板 2 の温度を約 490 °C にした状態で、ストライプ窓 10 内の GaAs 基板 2 上にバッファ層 24 を HVPE 法によって形成した。尚、バッファ層 24 の厚さは、約 800 オングストロームにした。

20 次に、図 16 C に示す第 3 の工程で、GaAs 基板 2 の温度を約 970 °C にした状態で、バッファ層 24 上に有機金属塩化物気相成長法によってエピタキシャル層 26 を約 25 μm 成長させた。

次に、図 16 D に示す第 4 の工程で、GaAs 基板 2 を王水でエッチング除去した。

25 図 16 E に示す第 5 の工程では、反応チャンバ 79 内の温度を 1000 °C にした状態で、エピタキシャル層 26 上に HVPE 法によってエピタキシャル層 62

をさらに厚付けし、GaN単結晶のインゴット64を形成した。インゴット64は、上面の中央部が少し窪んだ形状で、底から上面中央部までの高さは約3cm、外径は約30mmであった。

5 続いて、図16Fに示す第6の工程で、内周歯のスライサーによってインゴット64を切断し、外径約20～約30mm、厚さ約400 μ mのGaN単結晶基板66を25枚得た。このGaN単結晶基板66には、顕著な反りの発生は見られなかった。尚、切断処理後に、GaN単結晶基板66には、ラッピング研磨および仕上げ研磨を施した。

10 上述の実施例1～実施例5では、1回の製造処理により1枚の単結晶基板しか得られないが、本実施例においては、1回の製造処理により25枚の基板が得られた。また、製造コストは、実施の約65%に低減された。このように、本実施例では、大幅なコスト削減が図れ、さらに、1枚あたりの製造時間を短縮することができた。

15 尚、インゴット64の中間部から得られたGaN単結晶基板66の電気特性を測定した結果、キャリア濃度はn型 $2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ で、電子移動度は、250 $\text{ cm}^2/\text{Vs}$ 、比抵抗は、0.015 $\Omega \text{ cm}$ であった。

実施例8

20 次に、第9実施形態の実施例である実施例8について、図17A～図17Cを参照して説明する。

本実施例では、GaAs基板2としてGaAs(111)A基板を使用した。また、バッファ層24およびエピタキシャル層68は、ともに図2に示す成長装置を用いてHVPE法によって形成した。

25 まず、図17Aに示す第1の工程で、GaAs基板2上にマスク層8を形成した。この際、ストライプ窓10の長手方向をGaAs基板2の[11-2]に向け、マスク層8の厚さを約250nm、マスク部の幅Pを約5 μm 、窓幅Qを約

3 μm とした。そして、マスク層 8 を形成した後、GaAs 基板 2 の温度を約 500 °C にした状態で、ストライプ窓 10 内の GaAs 基板 2 上にバッファ層 24 を HVPE 法によって形成した。尚、バッファ層 24 の厚さは、約 900 オングストロームにした。

5 次に、図 17 B に示す第 2 の工程で、GaAs 基板 2 の温度を約 1000 °C にした状態で、バッファ層 24 上に HVPE 法によってエピタキシャル層 68 を成長させて、GaN 単結晶のインゴット 70 を形成した。インゴット 70 は、上面の中央部が少し窪んだ形状で、底から上面中央部までの高さは約 1.6 cm であった。

10 続いて、図 17 C に示す第 3 の工程で、内周歯のスライサーによってインゴット 70 を切断し、厚さ約 300 μm の GaN 単結晶基板 72 を 12 枚得た。この GaN 単結晶基板 72 には、顕著な反りの発生は見られなかった。尚、切断処理後に、GaN 単結晶基板 72 には、ラッピング研磨および仕上げ研磨を施した。

15 上述の実施例 1 ~ 実施例 5 では、1 回の製造処理により 1 枚の単結晶基板しか得られないが、本実施例においては、1 回の製造処理により 12 枚の基板が得られた。また、製造コストは、実施例 1 の約 60 % に低減された。このように、本実施例では、大幅なコスト削減が図れ、さらに、1 枚あたりの製造時間を短縮することができた。

20 尚、インゴット 70 の中間部から得られた GaN 単結晶基板 72 の電気特性を測定した結果、キャリア濃度は n 型 $1 \times 10^{19} \text{cm}^{-3}$ で、電子移動度は、100 cm^2/Vs 、比抵抗は、0.005 Ωcm であった。

実施例 9

25 次に、第 10 実施形態の実施例である実施例 9 について、図 18 A ~ 図 18 B を参照して説明する。

まず、図 18 A に示す第 1 の工程で、実施例 6 で製造された GaN 単結晶基板

上にエピタキシャル層 7 4 を成長させて、G a N 単結晶のインゴット 7 6 を形成した。この際、エピタキシャル層 7 4 は、H V P E 法により、G a A s 基板 2 の温度を約 1 0 1 0 °C にした状態で成長させた。また、インゴット 7 6 は、上面の中央部が少し窪んだ形状で、底から上面中央部までの高さは約 2 . 5 c m で、外
5 径は約 5 5 m m であった。

次に、図 1 8 B に示す第 2 の工程では、内周歯のスライサーによってインゴット 7 6 を切断し、外径約 5 0 m m 、厚さ約 6 0 0 μ m の G a N 単結晶基板 7 8 を 1 5 枚得た。

実施例 1 ~ 実施例 5 では、1 回の製造処理により 1 枚の単結晶基板しか得られないが、本実施例においては、1 回の製造処理により 1 5 枚の基板が得られた。
10 また、製造コストは、実施例 1 と同様のプロセスで製造した場合と比較して約 5 5 % に低減された。このように、本実施例では、大幅なコスト削減が図れ、さらに、1 枚あたりの製造時間を短縮することができた。

尚、インゴット 7 6 の中間部から得られた G a N 単結晶基板 7 8 の電気特性を
15 測定した結果、キャリア濃度は n 型 $1 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ で、電子移動度は、6 5 0 cm^2/Vs 、比抵抗は、0 . 0 8 $\Omega \text{ cm}$ であった。

実施例 1 0

次に、第 1 0 実施形態の他の実施例である実施例 1 0 について、図 1 8 A ~ 図
20 1 8 B を参照して説明する。

まず、図 1 8 A に示す第 1 の工程で、実施例 7 で製造された G a N 単結晶基板上にエピタキシャル層 7 4 を成長させて、G a N 単結晶のインゴット 7 6 を形成した。この際、エピタキシャル層 7 4 は、図 2 2 に示した成長装置を用いて、昇華法により、G a A s 基板 2 の温度を約 1 2 0 0 °C にした状態で成長させた。尚、
25 反応容器内に流し込んだアンモニアは、2 0 s c c m であった。また、インゴット 7 6 は、実施例 6 ~ 実施例 9 のインゴットと比べると平坦で、底から上面まで

の高さは約0.9 cmで、外径は約35 mmであった。

次に、図18Bに示す第2の工程では、内周歯のスライサーによってインゴット76を切断し、外径約35 mm、厚さ約500 μ mのGaN単結晶基板78を5枚得た。

- 5 実施例1～実施例5では、1回の製造処理により1枚の単結晶基板しか得られないが、本実施例においては、1回の製造処理により5枚の基板が得られた。また、製造コストは、実施例1の約80%に低減された。このように、本実施例では、大幅なコスト削減が図れ、さらに、1枚あたりの製造時間を短縮することができた。

- 10 尚、インゴット76の中間部から得られたGaN単結晶基板78の電気特性を測定した結果、キャリア濃度はn型 $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ で、電子移動度は、200 cm^2/Vs 、比抵抗は、0.03 $\Omega \text{ cm}$ であった。

実施例11

- 15 次に、第11実施形態の実施例である実施例11について、図19A～図19Cを参照して説明する。

まず、図19Aに示す第1の工程で、HVPE法によって、約500°CにされたGaAs基板2上に、厚さ約90 nmのGaNからなるバッファ層79を形成した。尚、GaAs基板として、GaAs(111)B基板を使用した。

- 20 次に、図19Bに示す第2の工程で、HVPE法によって、バッファ層79上にGaNからなるエピタキシャル層81を成長させて、GaN単結晶のインゴット83を形成した。この際、エピタキシャル層81は、HVPE法により、GaAs基板2の温度を約1030°Cにした状態で成長させた。また、インゴット83は、上面の中央部が少し窪んだ形状で、底から上面中央部までの高さは約1.2 cmであった。

最後に、図19Cに示す第3の工程で、内周歯のスライサーによってインゴッ

ト 8 3 を切断し、厚さ約 3 0 0 μm の G a N 単結晶基板 8 5 を 1 0 枚得た。

実施例 1 ～実施例 5 では、1 回の製造処理により 1 枚の単結晶基板しか得られないが、本実施例においては、1 回の製造処理により 1 0 枚の基板が得られた。また、製造コストは、実施例 1 の約 7 0 % に低減された。このように、本実施例
5 では、大幅なコスト削減が図れ、さらに、1 枚あたりの製造時間を短縮することができた。

尚、インゴット 8 3 の中間部から得られた G a N 単結晶基板 7 8 の電気特性を測定した結果、キャリア濃度は n 型 $1 \times 1 0^{19} \text{cm}^{-3}$ で、電子移動度は、 $1 0 0 \text{cm}^2/\text{Vs}$ 、比抵抗は、 $0.005 \Omega \text{cm}$ であった。

10

産業上の利用可能性

以上のように、本発明の G a N 単結晶基板の製造方法においては、マスク層の各開口窓内で G a N 核が形成され、この G a N 核が次第にマスク層上の横方向、すなわちマスク層の開口窓が形成されていないマスク部の上方に向かって何の障
15 害物もなく自由にラテラル成長する。このため、本発明の G a N 単結晶基板の製造方法によれば、結晶欠陥が大幅に低減された本発明の G a N 単結晶基板を効率よく且つ確実に得ることが可能となる。

請求の範囲

1. GaAs 基板上に、互いに離隔配置された複数の開口窓を有するマスク層を形成するマスク層形成工程と、

5 前記マスク層上に、Ga N からなるエピタキシャル層を成長させるエピタキシャル層成長工程と、

を備えることを特徴とする Ga N 単結晶基板の製造方法。

2. 前記マスク層形成工程の前に、前記 Ga As 基板上にバッファ層を形成するバッファ層形成工程と、

10 前記バッファ層上に、Ga N からなる下層エピタキシャル層を成長させる下層エピタキシャル層成長工程と、

を更に備えることを特徴とする請求項 1 記載の Ga N 単結晶基板の製造方法。

3. 前記エピタキシャル層成長工程の前に、前記マスク層の前記開口窓内における前記 Ga As 基板上にバッファ層を形成するバッファ層形成工程を更に備えることを特徴とする請求項 1 記載の Ga N 単結晶基板の製造方法。

15 4. 前記マスク層の前記開口窓は、ストライプ状のストライプ窓であることを特徴とする請求項 2 記載の Ga N 単結晶基板の製造方法。

5. 前記ストライプ窓は、前記 Ga N からなる前記下層エピタキシャル層の $\langle 10-10 \rangle$ 方向に延在しており、窓幅が $0.3 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ の範囲内で、マスク幅が $2 \mu\text{m} \sim 20 \mu\text{m}$ の範囲内であることを特徴とする請求項 4 記載の Ga N 単結晶基板の製造方法。

20 6. 前記ストライプ窓は、前記 Ga N からなる前記下層エピタキシャル層の $\langle 1-210 \rangle$ 方向に延在しており、窓幅が $0.3 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ の範囲内で、マスク幅が $2 \mu\text{m} \sim 20 \mu\text{m}$ の範囲内であることを特徴とする請求項 4 記載の Ga N 単結晶基板の製造方法。

25 7. 前記エピタキシャル層成長工程の後に、
前記 Ga As 基板を除去する Ga As 基板除去工程と、

前記バッファ層の下面および前記エピタキシャル層の上面を研磨する研磨工程と、

を更に備えることを特徴とする請求項 2 記載の G a N 単結晶基板の製造方法。

5 8. 前記マスク層の前記開口窓は、ストライプ状のストライプ窓であることを特徴とする請求項 3 記載の G a N 単結晶基板の製造方法。

9. 前記ストライプ窓は、前記 G a A s 基板の $\langle 11-2 \rangle$ 方向に延在しており、窓幅が $0.3 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ の範囲内で、マスク幅が $2 \mu\text{m} \sim 20 \mu\text{m}$ の範囲内であることを特徴とする請求項 8 記載の G a N 単結晶基板の製造方法。

10 10. 前記ストライプ窓は、前記 G a A s 基板の $\langle 1-10 \rangle$ 方向に延在しており、窓幅が $0.3 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ の範囲内で、マスク幅が $2 \mu\text{m} \sim 20 \mu\text{m}$ の範囲内であることを特徴とする請求項 8 記載の G a N 単結晶基板の製造方法。

15 11. 前記エピタキシャル層成長工程の後に、
前記 G a A s 基板を除去する G a A s 基板除去工程と、
前記マスク層及び前記バッファ層の下面と、前記エピタキシャル層の上面を研磨する研磨工程と、

を更に備えることを特徴とする請求項 3 記載の G a N 単結晶基板の製造方法。

20 12. 前記 G a A s 基板が、G a A s (111) A 基板又は G a A s (111) B 基板であることを特徴とする請求項 1～3 のうち何れか一項に記載の G a N 単結晶基板の製造方法。

13. 前記バッファ層を、ハイドライド V P E にて形成することを特徴とする請求項 2 又は請求項 3 記載の G a N 単結晶基板の製造方法。

25 14. 前記エピタキシャル層を、ハイドライド V P E にて形成することを特徴とする請求項 1～請求項 3 のうち何れか一項に記載の G a N 単結晶基板の製造方法。

15. 前記エピタキシャル層は、厚さ $5\mu\text{m} \sim 300\mu\text{m}$ の範囲内で成長され、

前記エピタキシャル層成長工程の後に、

前記GaAs基板を除去するGaAs基板除去工程と、

5 前記エピタキシャル層上にGaNからなる第二のエピタキシャル層を積層成長させる工程と、

を更に備えることを特徴とする請求項1又は請求項3記載のGaN単結晶基板の製造方法。

10 16. 前記マスク層の前記開口窓を前記下層エピタキシャル層の $\langle 10-10 \rangle$ 方向にピッチLで複数配列して $\langle 10-10 \rangle$ 窓群を形成すると共に、前記 $\langle 10-10 \rangle$ 窓群を前記下層エピタキシャル層の $\langle 1-210 \rangle$ 方向にピッチd ($0.75L \leq d \leq 1.3L$) で複数並設することを特徴とする請求項2記載のGaN単結晶基板の製造方法。

15 17. 前記各 $\langle 10-10 \rangle$ 窓群は、前記各開口窓の中心位置が隣り合う前記 $\langle 10-10 \rangle$ 窓群の前記各開口窓の中心位置に対して前記 $\langle 10-10 \rangle$ 方向に約 $1/2L$ ずれて並設されていることを特徴とする請求項16記載のGaN単結晶基板の製造方法。

20 18. 前記マスク層の前記開口窓を前記GaAs基板の (111) 面上において $\langle 11-2 \rangle$ 方向にピッチLで複数配列して $\langle 11-2 \rangle$ 窓群を形成すると共に、前記 $\langle 11-2 \rangle$ 窓群を前記GaAs基板の (111) 面の $\langle -110 \rangle$ 方向にピッチd ($0.75L \leq d \leq 1.3L$) で複数並設することを特徴とする請求項3記載のGaN単結晶基板の製造方法。

25 19. 前記各 $\langle 11-2 \rangle$ 窓群は、前記各開口窓の中心位置が隣り合う前記 $\langle 11-2 \rangle$ 窓群の前記各開口窓の中心位置に対して前記 $\langle 11-2 \rangle$ 方向に約 $1/2L$ ずれて並設されていることを特徴とする請求項18記載のGaN単結晶基板の製造方法。

20. 前記各開口窓のピッチ L は、 $3\mu\text{m}\sim 10\mu\text{m}$ の範囲内であることを特徴とする請求項16～請求項19のうち何れか一項に記載のGaN単結晶基板の製造方法。

5 21. 前記マスク層の前記開口窓の形状は、円形、楕円形、多角形の何れかであることを特徴とする請求項1～請求項20のうち何れか一項に記載のGaN単結晶基板の製造方法。

22. 前記マスク層の前記各開口窓の面積は、 $0.7\mu\text{m}^2\sim 50\mu\text{m}^2$ であることを特徴とする請求項1～請求項21のうち何れか一項に記載のGaN単結晶基板の製造方法。

10 23. 前記マスク層の前記各開口窓は、一辺が $1\mu\text{m}\sim 5\mu\text{m}$ の方形、又は直径 $1\mu\text{m}\sim 5\mu\text{m}$ の円形であることを特徴とする請求項1～請求項20のうち何れか一項に記載のGaN単結晶基板の製造方法。

15 24. 前記各開口窓の総面積は、全ての前記開口窓の面積と前記開口窓が形成されていないマスク部の面積とを合わせた全面積の10～50%であることを特徴とする請求項1～請求項23のうち何れか一項に記載のGaN単結晶基板の製造方法。

20 25. 前記マスク層の前記開口窓が前記下層エピタキシャル層の $\langle 10-10 \rangle$ 方向を長手方向とする長方形の長方形窓であり、前記長方形窓を前記 $\langle 10-10 \rangle$ 方向にピッチ L で複数配列して $\langle 10-10 \rangle$ 長方形窓群を形成すると共に、 $\langle 10-10 \rangle$ 長方形窓群を前記下層エピタキシャル層の $\langle 1-210 \rangle$ 方向にピッチ d で複数並設することを特徴とする請求項2記載のGaN単結晶基板の製造方法。

25 26. 前記各 $\langle 10-10 \rangle$ 長方形窓群は、前記各長方形窓の中心位置が隣り合う前記 $\langle 10-10 \rangle$ 長方形窓群の前記各長方形窓の中心位置に対して前記 $\langle 10-10 \rangle$ 方向に約 $1/2L$ ずれて並設されていることを特徴とする請求項25記載のGaN単結晶基板の製造方法。

27. 前記マスク層の前記開口窓が前記GaAs基板の $\langle 11-2 \rangle$ 方向を長手方向とする長方形の長方形窓であり、前記長方形窓を前記GaAs基板の (111) 面上において $\langle 11-2 \rangle$ 方向にピッチLで複数配列して $\langle 11-2 \rangle$ 長方形窓群を形成すると共に、前記 $\langle 11-2 \rangle$ 長方形窓群を $\langle -110 \rangle$ 方向にピッチdで複数並設することを特徴とする請求項3記載のGaN単結晶基板の製造方法。

28. 前記各 $\langle 11-2 \rangle$ 長方形窓群は、前記各長方形窓の中心位置が隣り合う前記 $\langle 11-2 \rangle$ 長方形窓群の前記各長方形窓の中心位置に対して前記 $\langle 11-2 \rangle$ 方向に約 $1/2L$ ずれて並設されていることを特徴とする請求項27記載のGaN単結晶基板の製造方法。

29. 前記長方形窓のピッチLは $4\mu\text{m} \sim 20\mu\text{m}$ で、前記長方形窓の長手方向に隣り合う前記各長方形窓間のマスク長さが $1\mu\text{m} \sim 4\mu\text{m}$ で、前記各長方形窓の幅wは $1\mu\text{m} \sim 5\mu\text{m}$ で、前記長方形の前記開口窓の短手方向に隣り合う前記長方形窓群間のマスク幅 $(d-w)$ は $2\mu\text{m} \sim 10\mu\text{m}$ であることを特徴とする請求項25～請求項28のうち何れか一項に記載のGaN単結晶基板の製造方法。

30. 前記マスク層の前記各開口窓は、六角リング状の六角窓であり、前記六角窓の六つの各辺の方向が、前記下層エピタキシャル層の $\langle 10-10 \rangle$ 方向であることを特徴とする請求項2記載のGaN単結晶基板の製造方法。

31. 前記マスク層の前記各開口窓は、六角リング状の六角窓であり、前記六角窓の六つの各辺の方向が、前記GaAs基板の $\langle 11-2 \rangle$ 方向であることを特徴とする請求項3記載のGaN単結晶基板の製造方法。

32. 前記マスク層が、 SiO_2 またはSiNで形成されていることを特徴とする請求項1～請求項31のうち何れか一項に記載のGaN単結晶基板の製造方法。

33. 前記GaAs基板を除去する工程を更に備えることを特徴とす

る請求項 1～請求項 6、請求項 8～請求項 10、請求項 12～請求項 14、請求項 16～請求項 32のうち何れか一項に記載の GaN 単結晶基板の製造方法。

34. 前記エピタキシャル層成長工程において、前記エピタキシャル層を成長させて GaN 単結晶のインゴットを形成し、

- 5 前記インゴットを複数枚に切断する切断工程を更に備えることを特徴とする請求項 1～請求項 33のうち何れか一項に記載の GaN 単結晶基板の製造方法。

35. 前記エピタキシャル層成長工程において、前記エピタキシャル層を成長させて GaN 単結晶のインゴットを形成し、

- 10 前記インゴットを複数枚に劈開する劈開工程を更に備えることを特徴とする請求項 1～請求項 33のうち何れか一項に記載の GaN 単結晶基板の製造方法。

36. 請求項 1～請求項 35のうち何れか一項に記載の製造方法によって得られた GaN 単結晶基板に GaN からなるエピタキシャル層を成長させて GaN 単結晶のインゴットを形成するインゴット形成工程と、

- 15 前記インゴットを複数枚に切断する切断工程と、
を更に備えることを特徴とする GaN 単結晶基板の製造方法。

37. 請求項 1～請求項 35のうち何れか一項に記載の製造方法によって得られた GaN 単結晶基板に GaN からなるエピタキシャル層を成長させて GaN 単結晶のインゴットを形成するインゴット形成工程と、

- 20 前記インゴットを複数枚に劈開する劈開工程と、
を更に備えることを特徴とする GaN 単結晶基板の製造方法。

38. GaN 単結晶を種結晶として当該 GaN 単結晶の上に GaN からなるエピタキシャル層を成長させて、GaN 単結晶のインゴットを形成するインゴット形成工程と、

- 25 前記インゴットを複数枚に切断する切断工程と、
を備えることを特徴とする GaN 単結晶基板の製造方法。

39. GaN 単結晶を種結晶として当該 GaN 単結晶の上に GaN か

らなるエピタキシャル層を成長させて、GaN単結晶のインゴットを形成するインゴット形成工程と、

前記インゴットを複数枚に劈開する劈開工程と、

を備えることを特徴とするGaN単結晶基板の製造方法。

- 5 40. 互いに離隔配置された複数の開口窓を有するマスク層と、
GaNからなると共に前記マスク層上に積層されたエピタキシャル層と、
を少なくとも含むことを特徴とするGaN単結晶基板。

41. 前記マスク層の前記エピタキシャル層の形成されていない側に、
バッファ層と、当該バッファ層と前記マスク層との間に形成された下層エピタキ
10 シヤル層と、を更に備えることを特徴とする請求項40記載のGaN単結晶基板。

 42. 前記マスク層の前記各開口窓内に、バッファ層が形成されていることを特徴とする請求項40記載のGaN単結晶基板。

43. 前記マスク層の前記開口窓が前記下層エピタキシャル層の $\langle 10-10 \rangle$ 方向にピッチLで複数配列されて $\langle 10-10 \rangle$ 窓群が形成されると
15 共に、前記 $\langle 10-10 \rangle$ 窓群を前記下層エピタキシャル層の $\langle 1-210 \rangle$ 方向にピッチd ($0.75L \leq d \leq 1.3L$)で複数並設されていることを特徴とする請求項41記載のGaN単結晶基板。

44. 前記各 $\langle 10-10 \rangle$ 窓群は、前記各開口窓の中心位置が隣り
合う前記 $\langle 10-10 \rangle$ 窓群の前記各開口窓の中心位置に対して前記 $\langle 10-1$
20 $0 \rangle$ 方向に約 $1/2L$ ずれて並設されていることを特徴とする請求項43記載のGaN単結晶基板。

45. 前記エピタキシャル層の前記マスク層との接触面から $10\mu\text{m}$ までの範囲内で、且つ、前記マスク層の前記開口窓が形成されていないマスク部
上において、前記開口窓の上方の領域よりも転位密度の低い低転位密度領域が形
25 成されていることを特徴とする請求項40～請求項44のうち何れか一項に記載のGaN単結晶基板。

46. 前記エピタキシャル層の前記低転位密度領域における転位密度は、 $1 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ 以下であることを特徴とする請求項45記載のGaN単結晶基板。

5 47. 前記エピタキシャル層の前記マスク層が形成されている側の面の反対側の面に、GaAs基板を更に備えることを特徴とする請求項40～請求項46のうち何れか一項に記載のGaN単結晶基板。

10 48. 前記エピタキシャル層は、厚さが $5 \mu\text{m} \sim 300 \mu\text{m}$ の範囲内であり、前記エピタキシャル層上に、GaNからなる第二のエピタキシャル層が更に形成されていることを特徴とする請求項40又は請求項42記載のGaN単結晶基板。

49. 請求項1～請求項33のうち何れか一項に記載のGaN単結晶基板の製造方法により製造されたことを特徴とする請求項40記載のGaN単結晶基板。

15 50. 請求項34～請求項39のうち何れか一項に記載のGaN単結晶基板の製造方法により製造されたことを特徴とする請求項40記載のGaN単結晶基板。

51. キャリア濃度が、n型で $1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3} \sim 1 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ の範囲内にあることを特徴とする請求項50記載のGaN単結晶基板。

20 52. 電子移動度が、 $60 \text{ cm}^2 \sim 800 \text{ cm}^2$ の範囲内にあることを特徴とする請求項50又は請求項51記載のGaN単結晶基板。

53. 比抵抗が、 $1 \times 10^{-4} \Omega \text{ cm} \sim 1 \times 10 \Omega \text{ cm}$ の範囲内にあることを特徴とする請求項50～請求項52のうち何れか一項に記載のGaN単結晶基板。

25 54. 請求項40～53のうち何れか一項に記載のGaN単結晶基板と、
前記GaN単結晶基板上に形成された半導体層と、を備え、

前記半導体層により発光素子を構成したことを特徴とする発光デバイス。

55. 請求項40～53のうち何れか一項に記載のGaN単結晶基板と、

前記GaN単結晶基板上に形成された半導体層と、を備え、

5 前記半導体層により少なくともpn接合を構成したことを特徴とする電子デバイス。

図 1 A

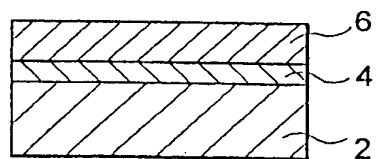


図 1 B

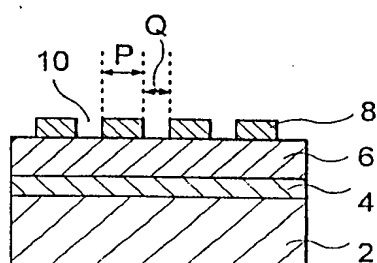


図 1 C

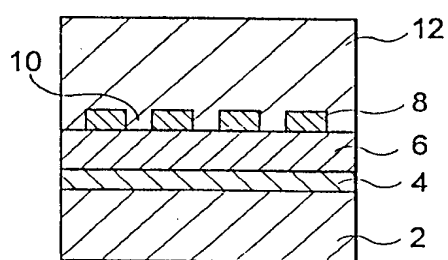
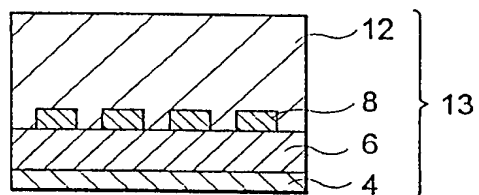
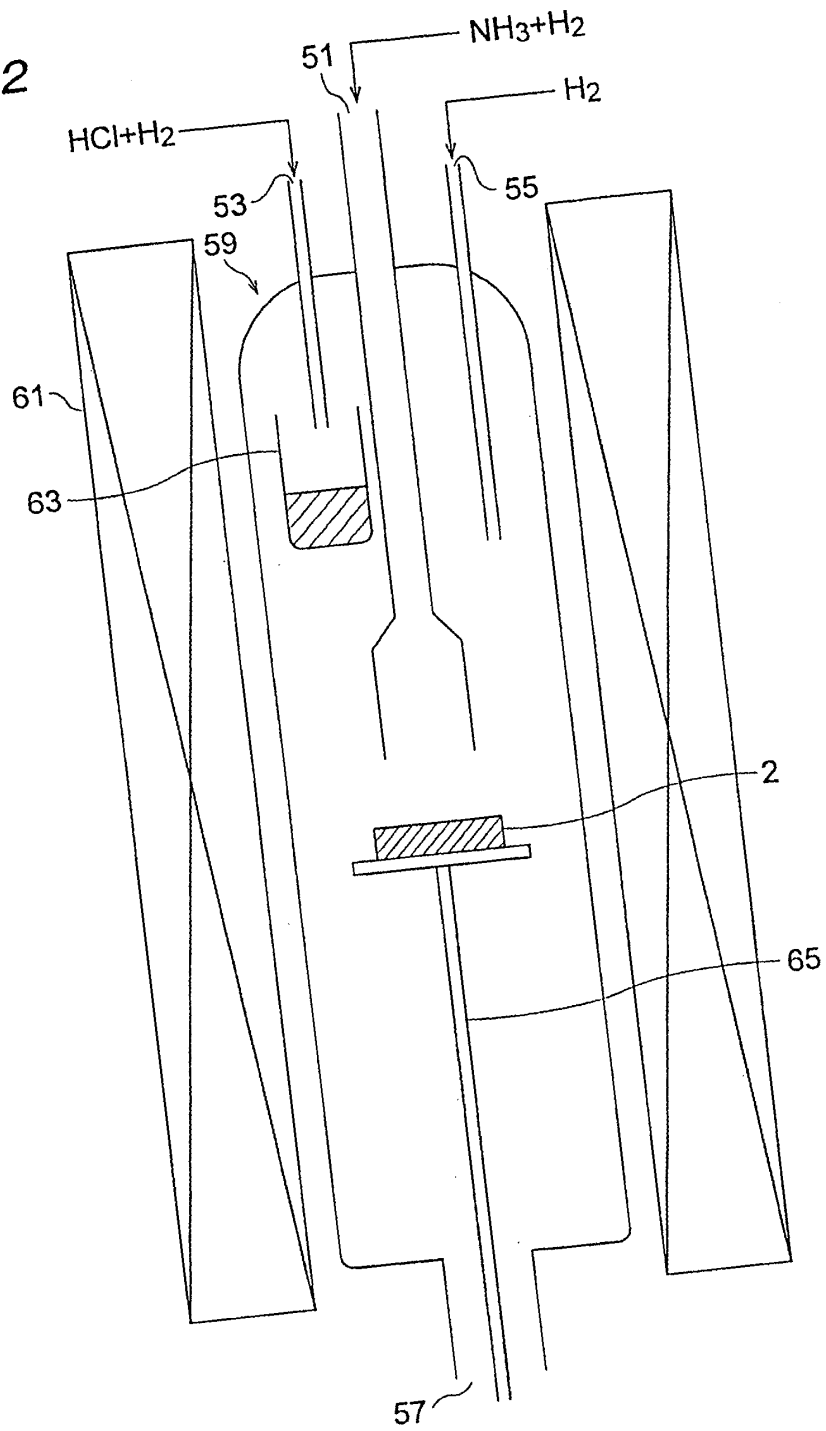


図 1 D



WO 99/23693

図 2



3

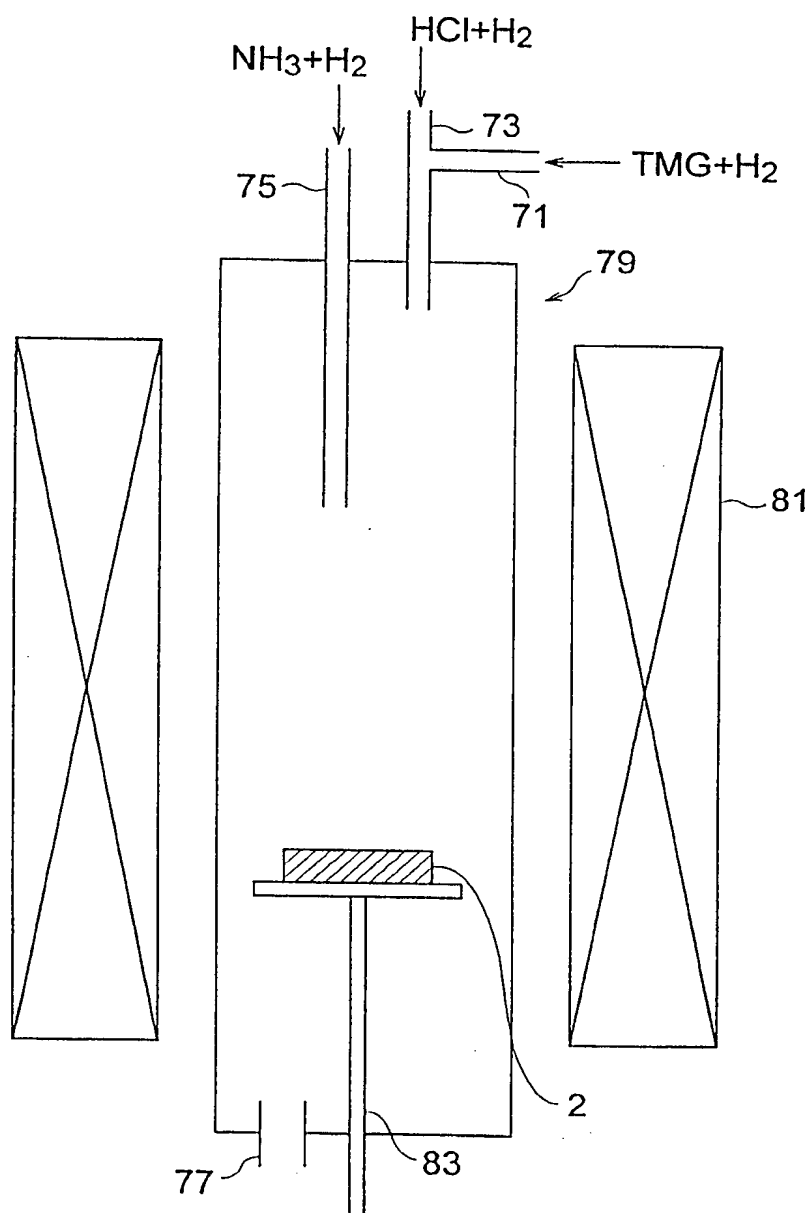
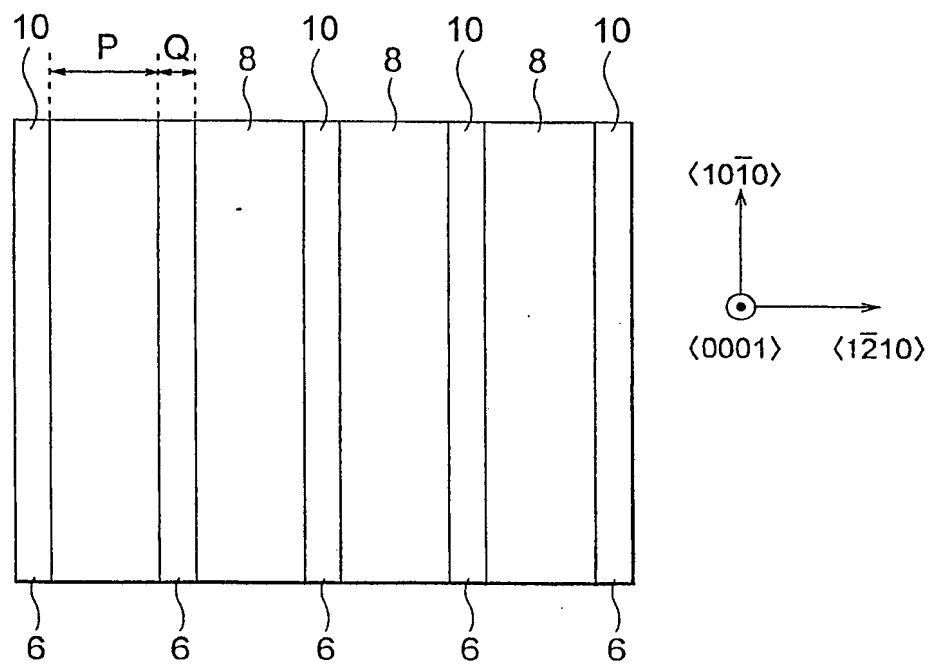


図 4



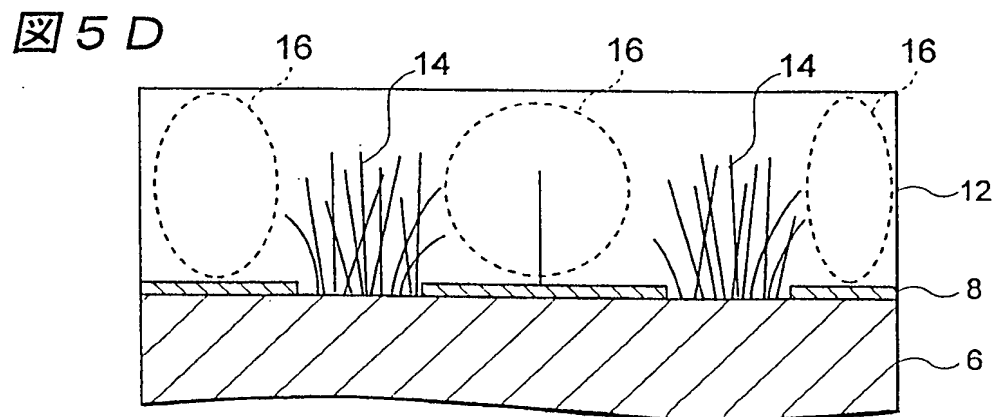
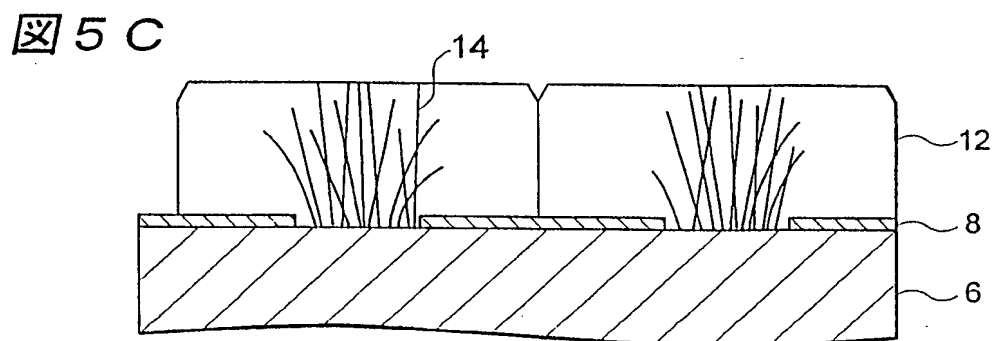
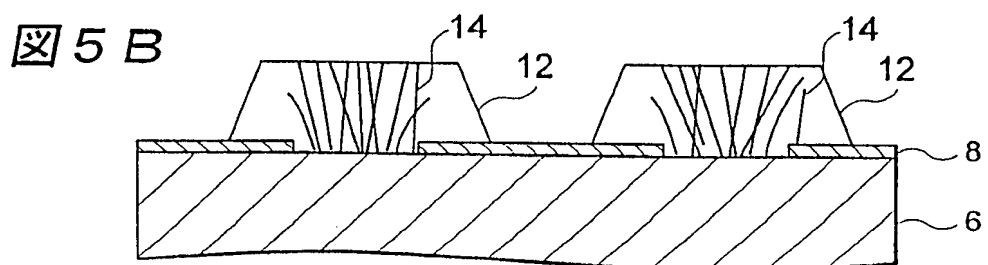
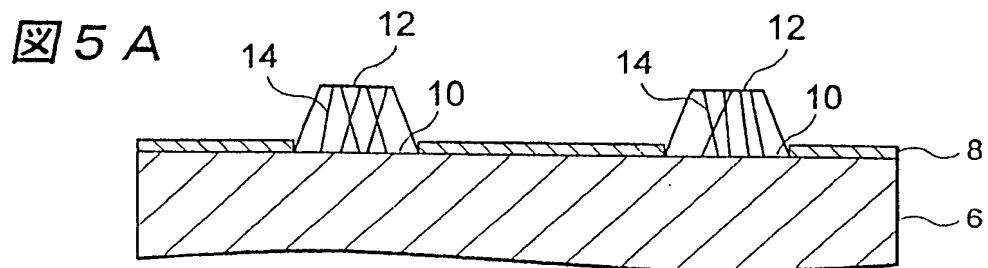


図 6 A

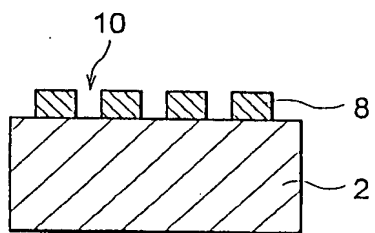


図 6 B

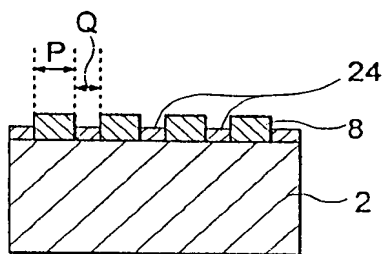


図 6 C

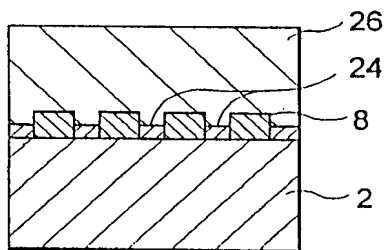


図 6 D

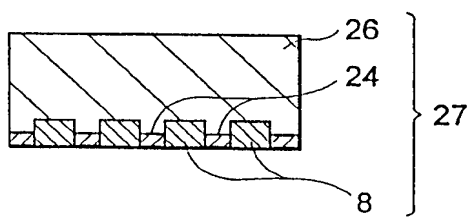


図 7

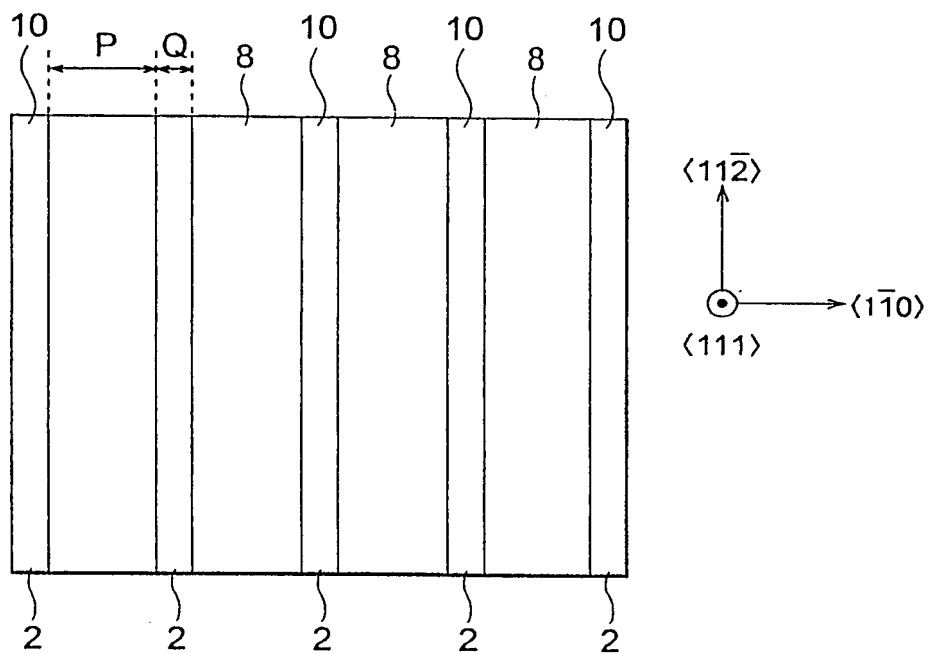


図 8 A

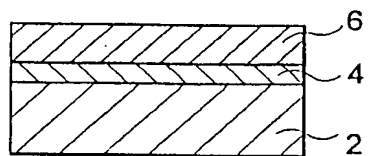


図 8 B

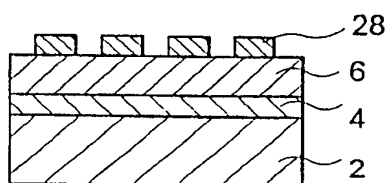


図 8 C

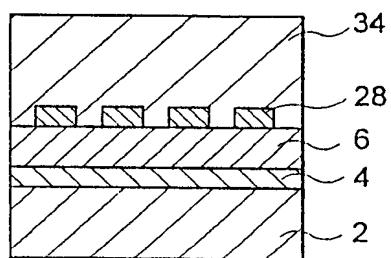


図 8 D

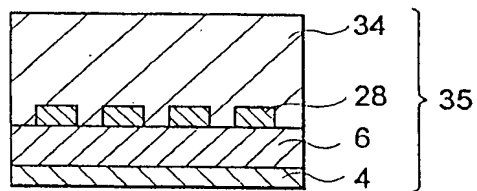


図 9

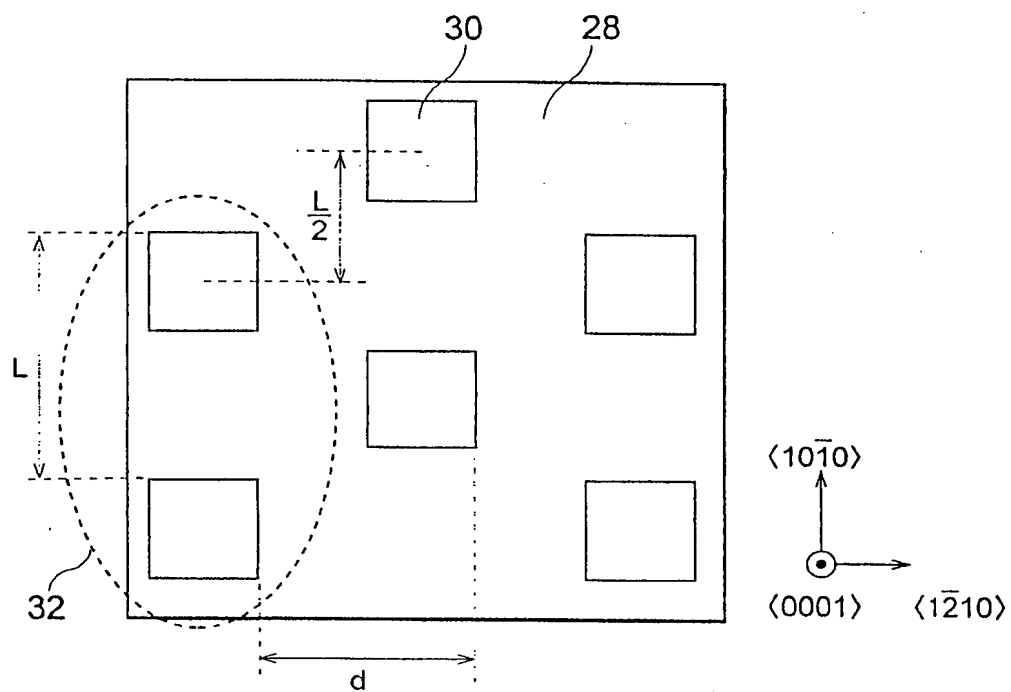


図10A

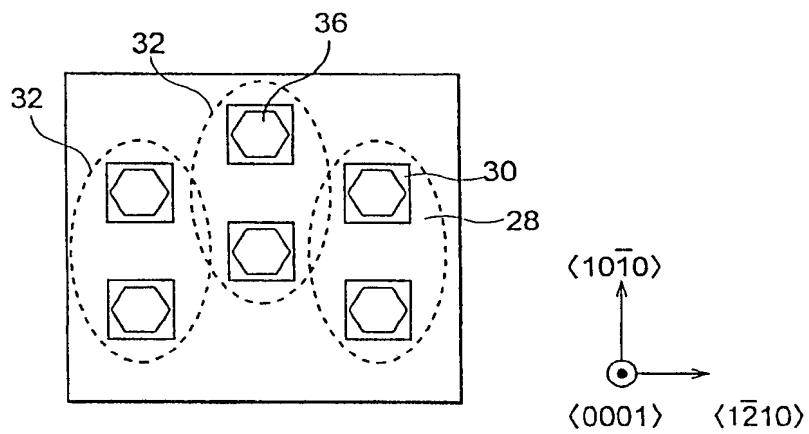


図10B

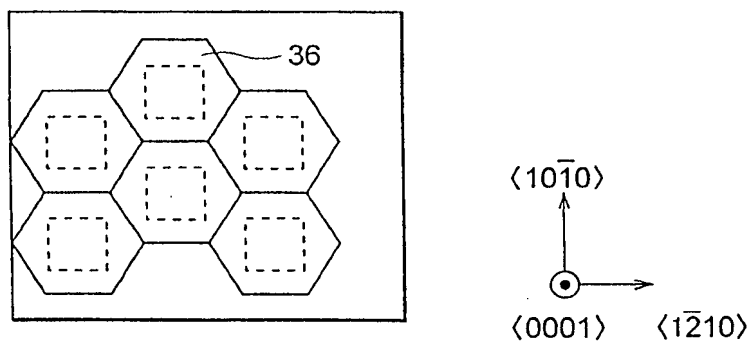


図 11 A

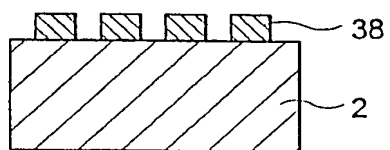


図 11 B

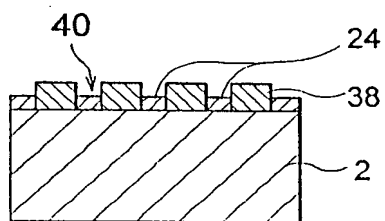


図 11 C

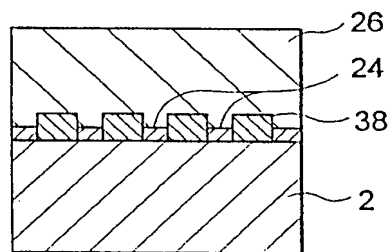


図 11 D

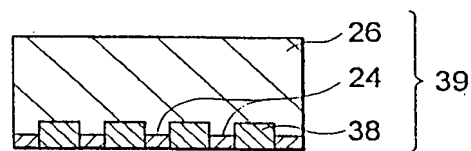


図12

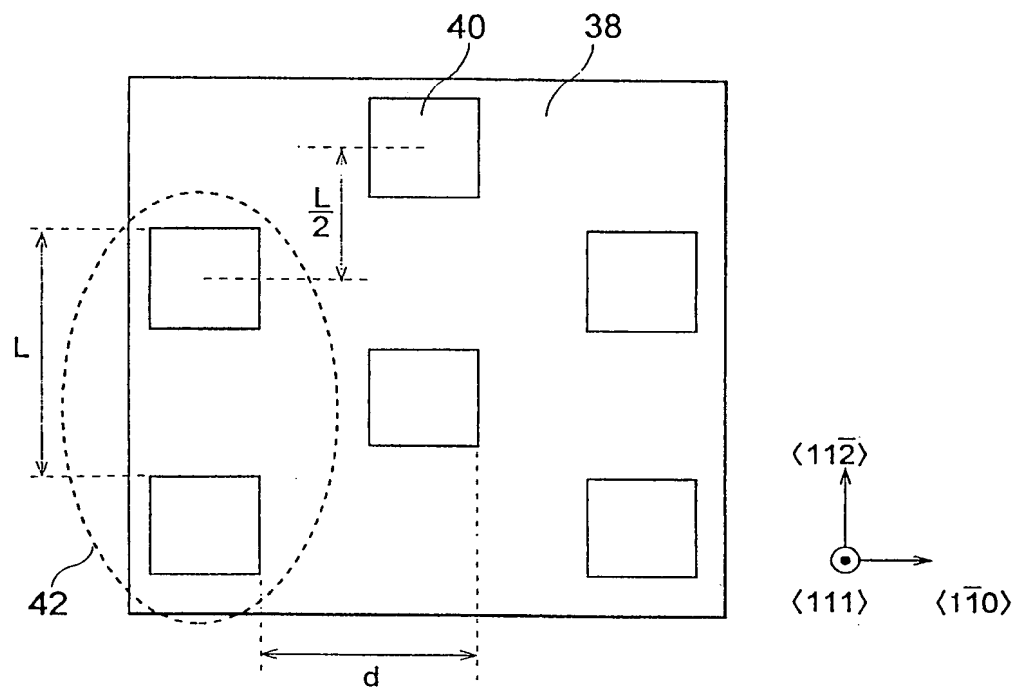


図13A

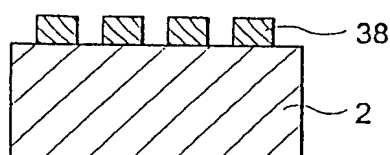


図13B

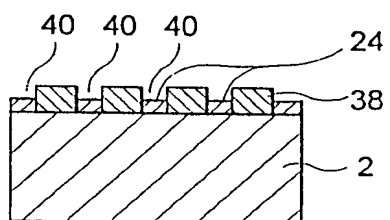


図13C

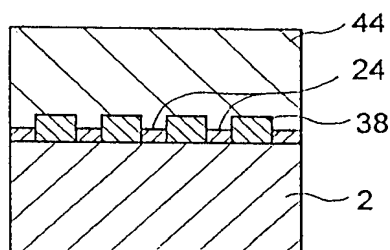


図13D



図13E

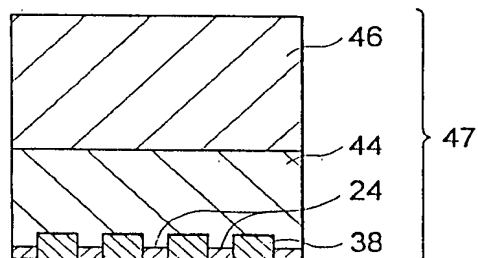


図14

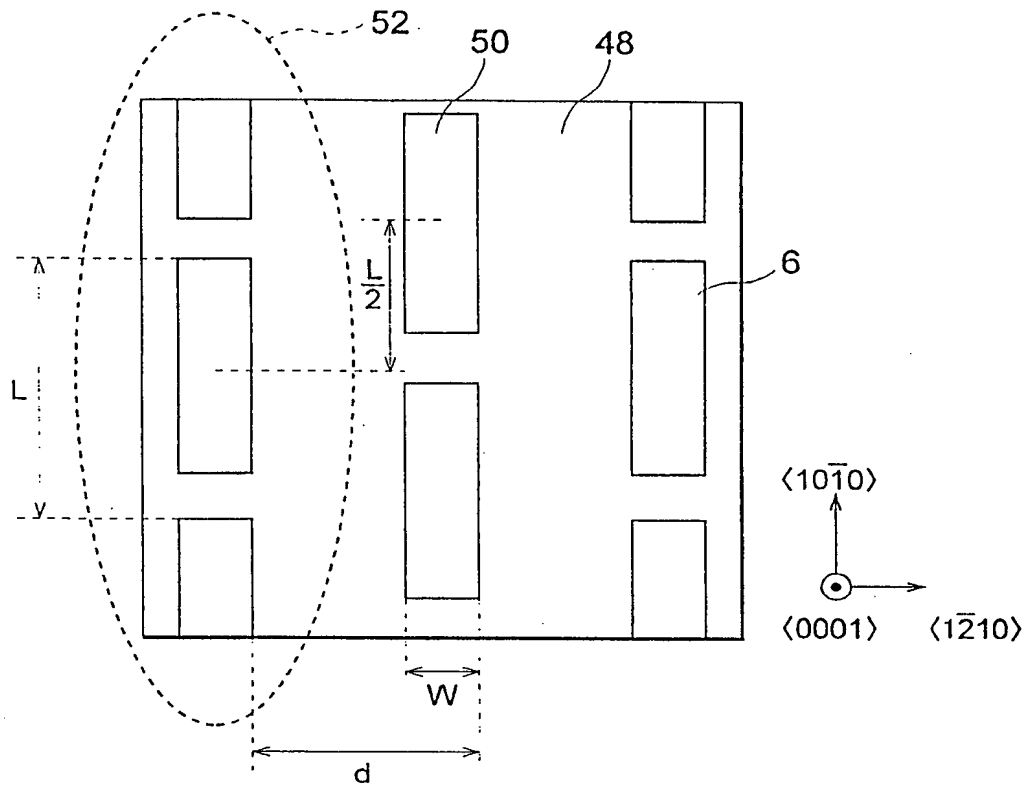


図15

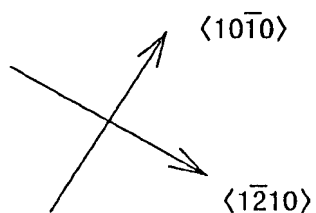
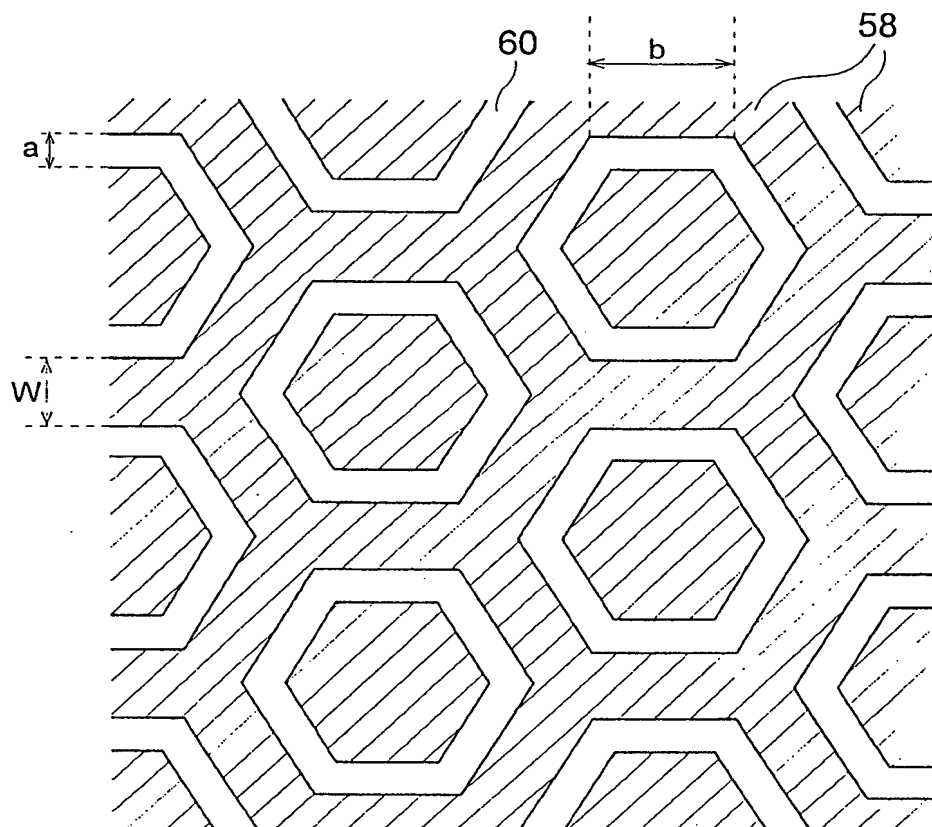


図16A

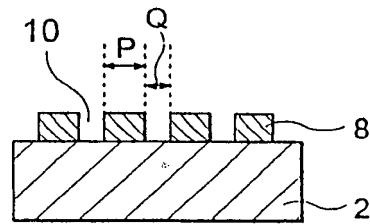


図16B

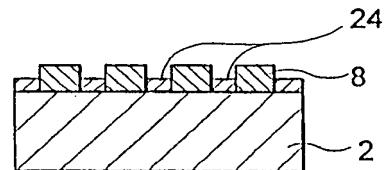


図16C

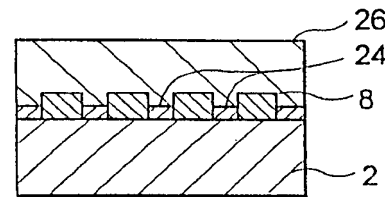


図16D

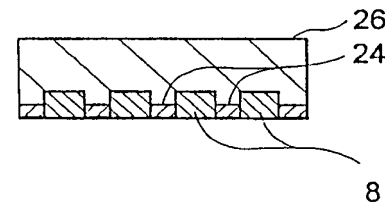


図16E

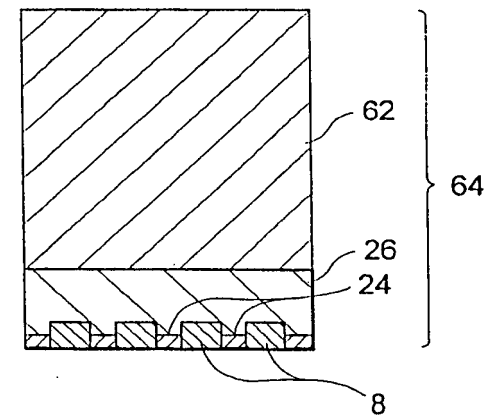


図16F

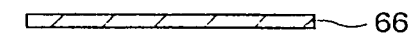


図17A

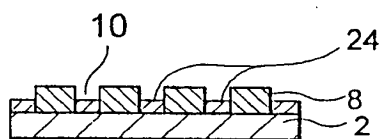


図17B

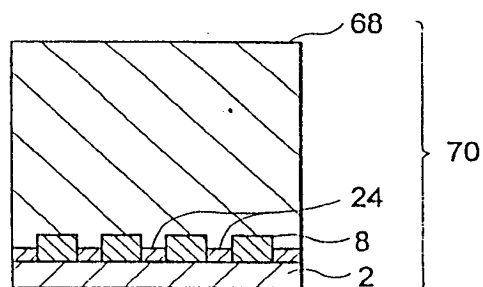


図17C

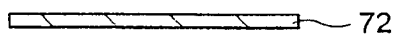


図18A

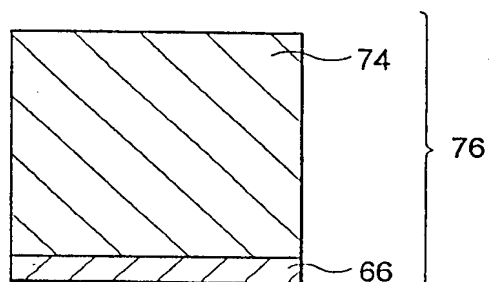


図18B

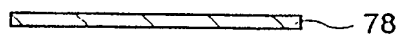


図19A



図19B

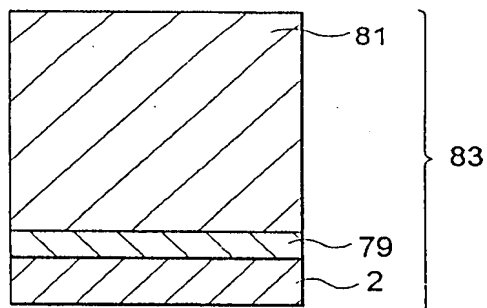


図19C

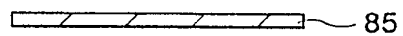


図20

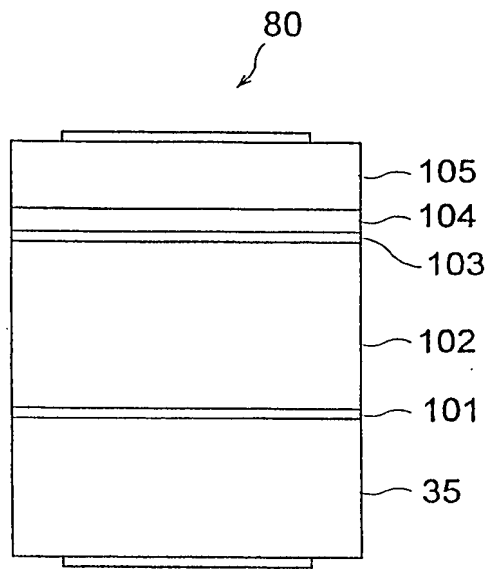


図21

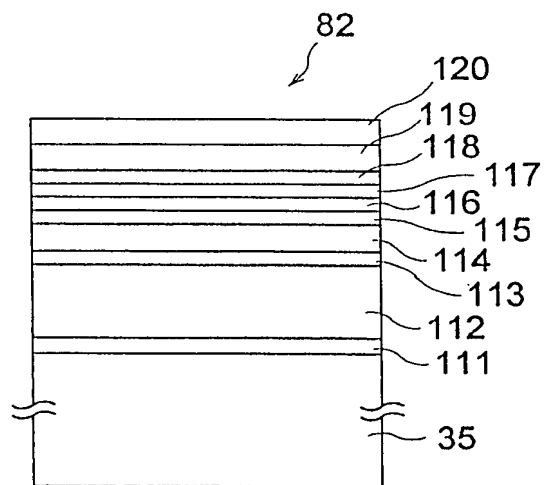
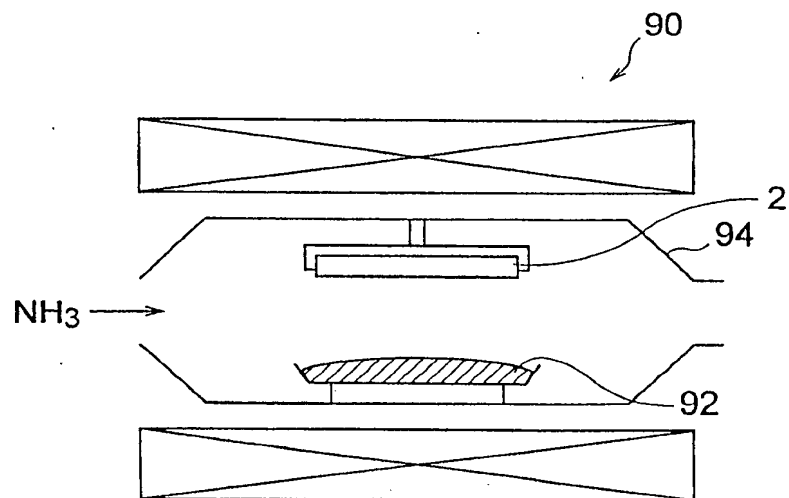


図22



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP98/04908

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁶ H01L21/20, H01L21/205, H01L21/203, H01L21/208, H01L33/00,
H01S3/18, C01B21/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁶ H01L21/20, H01L21/205, H01L21/203, H01L21/208, H01L33/00,
H01S3/18, C01B21/06

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-1999
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-1999 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-1999

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	U. Akira et al., Thick GaN Epitaxial Growth with Low Dislocation Density by Hydride Vapor Phase Epitaxy, "Japanese Journal of Applied Physics", 15 July 1997, Part 2, Vol. 36, No. 7B, pp.L899-L902.	40, 41
Y		1, 2, 4-7, 12-17, 20-26, 29, 32-39, 43-55
X	S. Akira et al., Defect structure in selectively grown GaN films with low threading dislocation density, "Applied physics Letters", 20 October 1997, vol. 71, No. 16, pages 2259-2261.	40, 41, 45, 46
Y		1, 2, 4-7, 12-17, 20-26, 29, 32-39, 43, 44, 47-55

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
26 January, 1999 (26. 01. 99)Date of mailing of the international search report
2 February, 1999 (02. 02. 99)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

 International application No.
 PCT/JP98/04908

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	Hidetada Matsunaga et al., "Selective Growth of GaN on Submicron Pattern by MOVPE (in Japanese)", Technical Report of IEICE Vol. 97, No. 61, 23, May, 1997 (Tokyo), pages 41-46.	40, 41
Y		1, 2, 4-7, 12-14, 16, 17, 20-26, 29, 32, 33, 43, 44, 47, 49, 54, 55
X	Takumi Shibata et al., "Preparation of High-Quality GaN Bulk Single Crystal by Selective HVPE Growth (in Japanese)", Technical Report of IEICE, Vol. 97, No. 61, 23 May, 1997 (Tokyo), pages 35-40.	40, 41, 43
Y		1, 2, 4, 7, 12-16, 21, 25, 32-39, 45, 47-55
Y	JP, 8-116090, A (Rohm Co., Ltd.), 7 May, 1996 (07. 05. 96), Page 3, right column, line 42 to page 5, line 41 ; Fig. 1 (Family: none)	1, 2, 7, 12, 15, 33, 47, 48, 54, 55
Y	JP, 9-255496, A (NEC Corp.), 30 September, 1997 (30. 09. 97), Page 2, right column, lines 36 to 40 ; page 3, right column, line 36 to page 4, left column, line 17 (Family: none)	1, 2, 12-14, 47
Y	JP, 7-273048, A (Mitsubishi Cable Industries, Ltd.), 20 October, 1995 (20. 10. 95), Page 4, left column, line 37 to right column, line 8 (Family: none)	7, 15, 33-39, 50
Y	K. Shota et al., Fabrication of GaN Hexagonal Pyramids on Dot-patterned GaN/Sapphire Substrates via Selective Metalorganic Vapor Phase Epitaxy, "Japanese Journal of Applied Physics", 15 September, 1995, Part 2, Vol. 34, No. 9B, pp.L1184-L1186.	16, 17, 25, 26, 43, 44
Y	JP, 51-50899, A (Hitachi, Ltd.), 4 May, 1976 (04. 05. 76), Page 2, upper left column, line 14 to upper right column, line 10 (Family: none)	48
PX	JP, 10-265297, A (Shiro Sakai, Sharp Corp.), 6 October, 1998 (06. 10. 98), Full text ; Figs. 1 to 7 (Family: none)	1, 2, 16, 21, 24, 32, 40, 41, 43, 47, 49
EX	JP, 10-312971, A (NEC Corp.), 24 November, 1998 (24. 11. 98), Full text ; Figs. 1 to 6 (Family: none)	40-43, 45, 46, 48, 54

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP98/04908

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
EA	JP, 10-326751, A (Mitsubishi Cable Industries, Ltd.), 8 December, 1998 (08. 12. 98), Page 4, right column, lines 14 to 28 ; Fig. 2 (Family: none)	40, 41, 43, 45, 46
EA	JP, 10-321529, A (Nippon Telegraph & Telephone Corp.), 4 December, 1998 (04. 12. 98), Page 3, left column, line 13 to right column, line 41 ; Fig. 5 (Family: none)	40, 41, 45, 46, 48, 54

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl ⁶ H01L21/20, H01L21/205, H01L21/203, H01L21/208, H01L33/00, H01S3/18, C01B21/06		
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl ⁶ H01L21/20, H01L21/205, H01L21/203, H01L21/208, H01L33/00, H01S3/18, C01B21/06		
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-1999年 日本国登録実用新案公報 1994-1999年 日本国実用新案登録公報 1996-1999年		
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	U.Akira et al., Thick GaN Epitaxial Growth with Low Dislocation Density by Hydride Vapor Phase Epitaxy, "Japanese Journal of Applied Physics", 15 July 1997, Part2, Vol. 36, No. 7B, pp. L899-L902.	40, 41
Y		1, 2, 4-7, 12-17, 20-26, 29, 32-39, 43-55
X	S.Akira et al., Defect structure in selectively grown GaN films with low threading dislocation density, "Applied physics Letters", 20 October 1997, vol. 71, No. 16, pages2259-2261.	40, 41, 45, 46
Y		1, 2, 4-7, 12-17, 20-26, 29,
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日 26.01.99	国際調査報告の発送日 02.02.99	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 岡 和久 印	4M 9836
電話番号 03-3581-1101 内線 3462		

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	松嶋秀忠 他, MOVPE法によるサブミクロンパターンへのGa _N 選択成長, 「電子情報通信学会技術研究報告」, 信学技報Vol. 97, No. 61, 23. 5月. 1997 (東京), pages 41-46.	32-39, 43, 44, 47-55 40, 41
Y		1, 2, 4-7, 12- 14, 16, 17, 20- 26, 29, 32, 33, 43, 44, 47, 49, 54, 55
X	柴田巧 他, HVPE法による選択成長を用いた高品質Ga _N バルク単結晶の作製及び評価, 「電子情報通信学会技術研究報告」, 信学技報Vol. 97, No. 61, 23. 5月. 1997 (東京), pages 35-40.	40, 41, 43
Y		1, 2, 4, 7, 12- 16, 21, 25, 32- 39, 45, 47-55
Y	JP, 8-116090, A (ローム株式会社) 7. 5月. 1996 (07. 05. 96) 第3頁右欄第4行~第5頁第4行, 図1 (ファミリーなし)	1, 2, 7, 12, 15, 33, 47, 48, 54, 55
Y	JP, 9-255496, A (日本電気株式会社) 30. 9月. 1997 (30. 09. 97) 第2頁右欄第3行~第40行, 第3頁右欄第3行~第4頁左欄 第17行 (ファミリーなし)	1, 2, 12-14, 47
Y	JP, 7-273048, A (三菱電線工業株式会社) 20. 10月. 1995 (20. 10. 95) 第4頁左欄第3行~右欄第8行 (ファミリーなし)	7, 15, 33-39, 50
Y	K. Shota et al., Fabrication of Ga _N Hexagonal Pyramids on Dot-patterned Ga _N /Sapphire Substrates via Selective Metalorganic Vapor Phase Epitaxy, "Japanese Journal of Applied Physics", 15 September 1995, Part2, Vol. 34, No. 9B, pp. L1184-L1186.	16, 17, 25, 26, 43, 44
Y	JP, 51-50899, A (日立製作所) 4. 5月. 1976 (04. 05. 76) 第2頁左上欄第1行~右上欄第10行 (ファミリーなし)	48
PX	JP, 10-265297, A (酒井士郎, シヤープ株式会社) 6. 10月. 1998 (06. 10. 98) 全文, 図1-7 (ファミリーなし)	1, 2, 16, 21, 24, 32, 40, 41, 43, 47, 49
EX	JP, 10-312971, A (日本電気株式会社) 24. 11月. 1998 (24. 11. 98) 全文, 図1-6 (ファミリーなし)	40-43, 45, 46, 48, 54
EA	JP, 10-326751, A (三菱電線工業株式会社) 8. 12月. 1998 (08. 12. 97) 第4頁右欄第1行~第28行, 図2 (ファミリーなし)	40, 41, 43, 45, 46
EA	JP, 10-321529, A (日本電信電話株式会社) 4. 12月. 1998 (04. 12. 98) 第3頁左欄第1行~右欄第4行, 図5 (ファミリーなし)	40, 41, 45, 46, 48, 54